

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
УРАЛЬСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ИМЕНИ ПЕРВОГО ПРЕЗИДЕНТА РОССИИ Б. Н. ЕЛЫЦИНА

**РАДИАЦИОННЫЕ ДЕТЕКТОРЫ  
НА ОСНОВЕ КРИСТАЛЛОВ  
И КРИСТАЛЛОВОЛОКОН**

**Совместные изобретения  
ученых России и Кыргызстана**

**Справочник**

Екатеринбург  
Издательство Уральского университета  
2014

УДК 001.894 (088.82:072.8)

ББК 22.379.34

Р 28

#### Составители

М. М. Кидибаев, Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов,  
У. К. Мамытбеков, А. В. Ищенко, Т. С. Королева, В. Л. Петров

Под редакцией профессора, доктора физ.-мат. наук Б. В. Шульгина

**Радиационные детекторы на основе кристаллов и кристалловолокон.**  
Р 28 Совместные изобретения ученых России и Кыргызстана : справочник /  
сост. М. М. Кидибаев, Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов и др. ; под ред.  
проф., д-ра физ.-мат. наук Б. В. Шульгина. Екатеринбург : Изд-во Урал.  
ун-та, 2014. 310 с.

ISBN 978-5-7996-1180-4

В справочнике приведены описания 38 патентных документов Российской Федерации, связанных с новыми техническими решениями в области online (сцинтилляционных) и запоминающих (термолюминесцентных, термозкоэмиссионных и оптически стимулированных) объемных, планарных, волоконных и объемно-волоконных детекторов ионизирующих излучений, а также в области новых эмиттеров и радиационных технологий, разработанных в рамках научного сотрудничества ученых России (УГТУ-УПИ, УрФУ) и Кыргызстана (Институт физико-технических проблем и материаловедения НАН КР, Иссык-Кульский государственный университет).

Справочник подготовлен кафедрой экспериментальной физики Уральского федерального университета и лабораторией кристаллофизики Института физико-технических проблем и материаловедения Национальной академии наук Кыргызской Республики.

Издается в связи с 30-летием первого совместного (Россия – Кыргызстан) изобретения, А. с. СССР № 1264719 (приоритет от 1984 г.) и в связи с 65-летием физико-технического факультета УГТУ-УПИ, ныне физико-технологического института УрФУ.

Выпуск приурочен к 60-летию Национальной академии наук Кыргызской Республики.

УДК 001.894 (088.82:072.8)

ББК 22.379.34

© Уральский федеральный университет, 2014

© Институт физико-технических проблем  
и материаловедения НАН КР, 2014

ISBN 978-5-7996-1180-4

## СОДЕРЖАНИЕ

СОДЕРЖАНИЕ.....	3
ПРЕДИСЛОВИЕ, 2014 .....	6
ПРЕДИСЛОВИЕ, 2009 .....	7
«...И БУДЕМ ДРУЖБОЙ ДОРОЖИТЬ», 2009 .....	9
СОВМЕСТНЫЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ УЧЕНЫХ РОССИИ И КЫРГЫЗСТАНА В ОБЛАСТИ РАДИАЦИОННЫХ ДЕТЕКТОРОВ И ТЕХНОЛОГИЙ.....	11
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО 1264719 СССР РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ТЕРМОЭКЗОЭЛЕКТРОННОГО ЭМИТТЕРА .....	12
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО 1304584 СССР НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР .....	15
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО 1382206 СССР НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР .....	19
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО 1549392 СССР ТЕРМОЭКЗОЭЛЕКТРОННЫЙ ЭМИТТЕР .....	23
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО 1570509 СССР ТЕРМОЛЮМИНОФОР ...	26
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО 1814393 СССР ШИХТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОЛЮМИНОФОРА.....	32
ПАТЕНТ 2148837 РФ НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР.....	40
ПАТЕНТ 2190240 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	44
ПАТЕНТ 2242025 РФ СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ .....	52
ПАТЕНТ 2243573 РФ СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ ЭКРАНОВ ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ.....	57
ПАТЕНТ 2244320 РФ СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ НЕЙТРОНОВ.....	68
ПАТЕНТ 2248588 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	76
ПАТЕНТ 2251124 РФ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ ДАТЧИК ЭЛЕКТРОННОГО И БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ .....	85

ПАТЕНТ 2261459 РФ СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ .....	91
ПАТЕНТ 2262722 РФ СВЕТОВОЛОКОННЫЙ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	96
ПАТЕНТ 2264634 РФ ШИХТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОЛЮМИНОФОРА.....	101
ПАТЕНТ 2269802 РФ СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИНФРАКРАСНОГО СВЕТОФИЛЬТРА.....	110
ПАТЕНТ 2270462 РФ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ ДОЗИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС .....	118
ПАТЕНТ 2270463 РФ СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ .....	126
ПАТЕНТ 2282212 РФ РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ТЕРМОЭКЗОЭЛЕКТРОННОЙ ДОЗИМЕТРИИ ГАММА- И ЭЛЕКТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ...	135
ПАТЕНТ 2282214 РФ СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ГЕТЕРОСТРУКТУР .....	141
ПАТЕНТ 2297015 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	151
ПАТЕНТ 2297648 РФ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СЦИНТИЛЛИРУЮЩЕГО СОСТАВА ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ НЕЙТРИНО.....	159
ПАТЕНТ 2303798 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	169
ПАТЕНТ 2308056 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	175
ПАТЕНТ 2312061 РФ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИТЕВИДНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ .....	182
ПАТЕНТ 2315231 РФ СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИНФРАКРАСНОГО СВЕТОФИЛЬТРА.....	188
ПАТЕНТ 2323453 РФ СВЕТОВОЛОКОННЫЙ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	196
ПАТЕНТ 2347741 РФ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ ФТОРИДА ЛИТИЯ ИЛИ ФТОРИДА НАТРИЯ.	205
ПАТЕНТ 2357273 РФ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ РАБОЧЕГО ВЕЩЕСТВА ДЛЯ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ДЕТЕКТОРА НЕЙТРОНОВ.....	220
ПАТЕНТ 2370788 РФ НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР.....	230



ПАТЕНТ 2427857 РФ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОФИЛЯ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ ЭЛЕКТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ.....	238
ПАТЕНТ 2445646 РФ РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ДЕТЕКТОРА НЕЙТРОНОВ.....	251
ПАТЕНТ 2468060 РФ ДВОЙНОЙ К-НА СУЛЬФАТ В КАЧЕСТВЕ РАБОЧЕГО ВЕЩЕСТВА ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ДЕТЕКТОРА РЕНТГЕНОВСКОГО И ГАММА- ИЗЛУЧЕНИЯ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ..	260
ПАТЕНТ 112449 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	274
ПАТЕНТ 119129 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	285
ПАТЕНТ 131502 РФ ДЕТЕКТОР ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ ..	297
АВТОРЫ СОВМЕСТНЫХ ПАТЕНТНЫХ РАЗРАБОТОК .....	306

## ПРЕДИСЛОВИЕ, 2014

Эффективность международного сотрудничества в области образования и науки представляется одним из признаков «зрелости» высшего учебного заведения. Поэтому поддержание контактов с внешними партнерами является одним из приоритетов программы развития Уральского федерального университета.

Пример плодотворного международного сотрудничества – многолетнее взаимодействие ведущих научных школ УрФУ – «Уральская школа люминесценции» (основатель – профессор Ф. Ф. Гаврилов), «Радиационная физика функциональных материалов» (основатель – профессор В. С. Кортов) – и научной школы радиационной кристаллофизики Кыргызстана (основатель – профессор А. А. Алыбаков). Взаимодействие включает множество аспектов сотрудничества, среди которых – совместные комплексные научно-прикладные изыскания в области разработки детекторных материалов и систем, стажировки аспирантов и молодых ученых, научные конференции. Залогом успеха всех реализованных и намеченных мероприятий является многолетняя искренняя дружба лидеров и коллективов научных школ.

Настоящее издание выходит в канун 65-летнего юбилея физико-технологического института УрФУ. Более 30 лет продолжается сотрудничество ученых физтеха Уральского университета и Исык-Кульского государственного университета, Института физико-технических проблем и материаловедения Национальной академии наук Кыргызской Республики. Можно смело утверждать, что этот научный союз проверен временем. Настоящее издание посвящено лишь одному из аспектов сотрудничества – совместным разработкам в области охраны объектов интеллектуальной собственности (ИС). Культура надлежащего соблюдения прав ИС в Российской Федерации и Кыргызской Республики является существенным стимулом и признаком уважения изобретательской деятельности. Настоящее издание направлено на формирование компетенций представителей науки, образования и студенчества в области авторского права.

Заведующий кафедрой  
экспериментальной физики УрФУ

В. Ю. Иванов

## ПРЕДИСЛОВИЕ, 2009

Первостепенное значение для эволюции человека имеет изобретательность. Это самый важный продукт его творческого мышления

*Никола Тесла*

Оптические люминесцентные радиационные детекторы сцинтилляционного типа, работающие в режиме реального времени, и запоминающие детекторы термолюминесцентного типа широко применяются в комплексах и системах радиационного, радиоэкологического и радиологического мониторинга для обнаружения делящихся и радиоактивных веществ. Такие детекторы все больше применяются для радиационного контроля природного и вторичного сырья и материалов, используемых в металлургической промышленности и строительной индустрии, для контроля природной и технической воды по радиационному фактору. Люминесцентные детекторы широко используются в медицине для контроля дозозатрат персонала и пациентов, в качестве функциональных элементов в томографах, в рентгеновских экранах, а также для целей персональной дозиметрии лиц, работающих в атомной промышленности и на установках ядерно-физического профиля.

Техника сцинтилляционных и термолюминесцентных измерений все время совершенствуется, разрабатываются новые детекторные материалы и устройства, а также новые комплексы радиационного контроля. Систематические работы такого плана ведутся в УГТУ–УПИ на физико-техническом факультете. Базой для прикладных разработок, естественно, являются результаты фундаментальных исследований, проводимых в УГТУ–УПИ, в области радиолюминесценции, радиационной физики и кристаллофизики, в области взаимодействия излучения с веществом, а также результаты исследований диссипативных процессов, определяющих кинетику электронных возбуждений в твердых телах. Значительная часть этих фундаментальных исследований была проведена в коллаборации с учеными Кыргызстана (Институт физико-технических проблем и материаловедения НАН КР, Иссык-Кульский государственный университет;

руководитель работ – чл.-корр. НАН КР М. М. Кидибаев). В результате за последние 10 лет опубликовано более 150 совместных статей. На прикладные совместные результаты обращалось особое внимание. Все научно-технические разработки, выполненные в УГТУ–УПИ, в том числе в рамках двусторонних и многосторонних контактов с другими отечественными и зарубежными организациями, в соответствии с требованиями инновационного подхода оценивались с точки зрения их новизны и технической полезности, а также возможности их правовой защиты как объектов интеллектуальной собственности. Следствием инновационного подхода явилось создание более 20 совместных патентов.

В настоящем справочнике приведены описания 26 патентов Российской Федерации, связанных с изобретениями в области объемных, планарных, волоконных и объемно-волоконных детекторов ионизирующих излучений, а также с изобретениями в области радиационных технологий, в частности, с изобретением способа получения сцинтилляционных волоконных гетероструктур. Особенностью данных патентов является то, что все они созданы в рамках научного сотрудничества ученых России и Кыргызстана. Отметим, что 6 из 22 вошедших в справочник патентных разработок, а именно в области детекторов на основе кристалловолокон, выполнены совместно с учеными из лаборатории люминесцентных материалов Лионского университета, руководитель работ – действительный член Европейской академии наук, профессор Кристиан Педрини (патенты № 2202722, 2261459, 2270462, 2282214, 2303798, 2323453), работы были поддержаны грантами НАТО № PST.EAP.CLG 980674 (2004–2005 гг.) и СВР.EAP.CLG 983489 (2009–2010 гг.). В вышеуказанной лаборатории имеются уникальные установки по выращиванию кристалловолокон из расплава. Все авторы настоящего справочника работали и стажировались в этой лаборатории Лионского университета. Трехсторонние контакты оказались успешными. Такие контакты должны активно поддерживаться.

Проректор УГТУ–УПИ  
по научной и инновационной работе,  
доктор технических наук, профессор

А. А. Попов

## **«...И БУДЕМ ДРУЖБОЙ ДОРОЖИТЬ», 2009**

Вот уже много веков народы Кыргызстана и России связывает общая историческая судьба, сроднившая нас. Сегодня эти страны – близкие по духу друзья, верные союзники, которые искренне хотят укреплять и развивать традиционные дружеские связи.

Говоря о научном сотрудничестве Кыргызстана и России, хотелось бы подчеркнуть, что формированию кыргызско-российских научных связей предшествовал длительный процесс становления науки Кыргызстана, исключительную роль в котором сыграли российские ученые и научные центры.

На современном этапе сложилась правовая база многопланового научного сотрудничества Кыргызстана и России как суверенных государств.

Ярким примером активного научного сотрудничества, убедительной иллюстрацией обоюдного стремления сторон укреплять и развивать научные связи в духе полного взаимного понимания, поддержки и созидания является сотрудничество Уральского государственного технического университета – УПИ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина и Института физико-технических проблем и материаловедения Национальной академии наук Кыргызской Республики в содружестве с Иссык-Кульским государственным университетом имени К. Тыныстанова.

Одной из важнейших задач государственной научной политики как Кыргызстана, так и России является создание благоприятных условий и механизмов для развития взаимовыгодного и равноправного сотрудничества в научной, научно-технической и инновационной сферах. Вне всякого сомнения, обеспечение устойчивого человеческого развития в наших странах во многом обусловлено состоянием научной сферы, переходом к инновационной модели экономического роста, базирующейся на производстве знаний и их использовании в освоении новых технологий.

В этих условиях важно еще более активизировать кыргызско-российское научное взаимодействие, дальнейшее углубление научной интеграции, формирование единого культурно-информационного и научно-образовательного пространства.

Сегодня мы хорошо понимаем, что тесные человеческие контакты граждан России и Кыргызстана – это залог нашего успешного культурно-гуманитарного, научно-образовательного сотрудничества. Кроме того, подобные контакты – надежная основа двустороннего экономического и политического взаимодействия, на которой строится здание перспективного взаимодействия наших стран в научно-образовательной сфере. Мы убеждены, что такие контакты должны расширяться.

Генеральный консул Кыргызской Республики  
в г. Екатеринбурге – чрезвычайный  
и полномочный посланник

Турдали Орозбаев

## **СОВМЕСТНЫЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ УЧЕНЫХ РОССИИ И КЫРГЫЗСТАНА В ОБЛАСТИ РАДИАЦИОННЫХ ДЕТЕКТОРОВ И ТЕХНОЛОГИЙ**

Именно он (изобретатель) является представителем того привилегированного класса, без которого человеческая раса уже давно исчезла бы с лица земли после ожесточенной борьбы с безжалостными стихиями

*Никола Тесла*

Приведены описания авторских свидетельств СССР и патентов Российской Федерации, созданных в течение 30 лет, в период с 1984 по 2013 гг., связанных с разработкой новых люминесцентных детекторных материалов, способов их получения, а также новых типов конструкций люминесцентных детекторов. Авторами всех представленных изобретений являются ученые России (УГТУ–УПИ, УрФУ) и Кыргызстана (Институт физико-технических проблем и материаловедения НАН КР, Иссык-Кульский государственный университет). Часть патентных разработок сделана совместно с Лионским университетом (Франция) и фирмой «Файберкрист» (Франция) в рамках трехстороннего научного сотрудничества при финансовой поддержке Международного научно-технического центра (МНТЦ) и грантов Россия – НАТО.

На уровне патентов выполнены совместные разработки новых объемных, планарных, волоконных и объемно-волоконных детекторов ионизирующих излучений на основе кристаллов фторидов щелочных и щелочно-земельных элементов, активированных ураном и европием, а также на основе оксидных материалов (сульфаты щелочных металлов, германат висмута, силикат лютеция и др.). Ряд патентов связан с новыми техническими решениями в области радиационных технологий, в частности, с получением инфракрасных светофильтров, волоконных гетероструктур и нанопокровов.

Предложенные технические решения превосходят известные аналоги по своим целевым параметрам и выполняемым функциям.

**Авторское свидетельство 1264719 СССР  
РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО  
ДЛЯ ТЕРМОЭКЗОЭЛЕКТРОННОГО ЭМИТТЕРА**

Код(ы) МПК

G01T 1/11

Библиографическая  
ссылка

А. с. 1264719 СССР. Рабочее вещество для термоэкзо-  
электронного эмиттера / *А. А. Алыбаков, В. С. Кортков,  
А. И. Сюрдо, К. Ш. Шаршеев, Б. В. Шульгин*. Дата реги-  
страции: 15.06.1986

**Реферат**

Изобретение относится к области эмиссионной электроники, использующей эффекты термостимулированной экзоэлектронной эмиссии, и может быть использовано для разработки эмиттеров, применяемых для калибровки термоэкзоэмиссионных спектрометров, а также для калибровки вторичных электронных умножителей.

Цель изобретения – повышение интенсивности эмиссионного тока термоэкзоэлектронного эмиттера при невысоких температурах эксплуатации без предварительного возбуждения рентгеновским или электронным излучением.

**Описание изобретения**

Изобретение относится к области эмиссионной электроники, использующей эффекты термостимулированной экзоэлектронной эмиссии, и может быть использовано для разработки эмиттеров, применяемых для калибровки термоэкзоэмиссионных спектрометров, а также для калибровки вторичных электронных умножителей. Это достигается применением кристаллов литий-натриевого сульфата, активированного хромом ( $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$ ), в количестве 0,001–0,04 мас. %, в качестве рабочего вещества для термоэкзоэлектронного эмиттера.

Целью изобретения является повышение интенсивности эмиссионного тока термоэкзоэлектронного эмиттера при невысоких температурах эксплуатации без предварительного возбуждения рентгеновским или электронным излучением.



Решение поставленной задачи достигается применением кристаллов литий-натриевого сульфата, активированного хромом ( $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$ ), в количестве 0,001–0,04 мас. %, в качестве рабочего вещества для термоэкоэлектронного эмиттера.

Достижение цели стало возможно после экспериментально обнаруженной повышенной интенсивности эмиссионного тока, создаваемого термоэкоэлектронным эмиттером на основе  $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$  (0,001–0,04 мас. %) при температуре 365–375 и 420–430 К.

*Пример.* Рабочее вещество для термоэкоэлектронного эмиттера на основе  $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$ .

Выращивание монокристаллов из  $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$  проводят методом медленного испарения при 40–60 °С насыщенного водного раствора, содержащего, г:  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  – 18,3;  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  – 14,7;  $\text{H}_2\text{O}$  – 67 с добавлением 5–7 капель серной кислоты. Примесь хрома вводят в исходный раствор в виде  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  в количестве 0,05–0,2 г/л. Содержание хрома, вошедшего в кристалл, составляло 0,001–0,04 мас.%. Верхний предел равен предельному практическому значению изоморфной емкости. Нижний предел определяется из условия обеспечения положительного эффекта (обеспечения повышенного значения эмиссионного тока).

Параметры эмиссионного тока термоэкоэлектронного эмиттера на основе  $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$  приведены в табл. 1.

Таблица 1

Параметры эмиссионного тока предлагаемого термоэкоэлектронного эмиттера на основе  $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$

Материал эмиттера (концентрация примеси, мас.%)	Рабочий диапазон температур, К	Интенсивность эмиссионного тока, $I$ , имп/с	$I/I$ эталона
Эталон $\text{LiNbO}_3$	373–393, 473	$1,2 \cdot 10^5$	1,0
$\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$ (0,005)	350–450	$1,3 \cdot 10^5$	1,1
$\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$ (0,001)	350–450	$2,5 \cdot 10^5$	2,1
$\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$ (0,035)	350–450	$3 \cdot 10^5$	2,5
$\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}^*$ (0,040)	350–450	$3 \cdot 10^5$	2,5

\*Примечание. Ввести в кристалл  $\text{LiNaSO}_4$  хром в большем количестве, чем 0,04 мас.%, не удастся из-за низкой изоморфной емкости литий-натриевого сульфата

Как видно из табл. 1, интенсивность эмиссионного тока предложенного рабочего вещества для термоэктоэлектронного эмиттера на основе  $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$  в 2,1–2,5 раза превышает интенсивность эмиссионного тока известного рабочего вещества для термоэктоэлектронного эмиттера на основе  $\text{LiNbO}_3$ .

Важным преимуществом предлагаемого рабочего вещества для термоэктоэлектронного эмиттера является его способность к повышенной интенсивности эмиссионного тока не только при повышенной (350–450 K), но и при пониженной (относительно комнатной) температуре (270–320 K). Последнее обстоятельство позволяет использовать кристаллы  $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$  в качестве эталонного рабочего вещества для термоэктоэлектронного эмиттера для калибровки экзотермических спектрометров в широком диапазоне температур, включая низкие.

#### **Формула изобретения**

Применение кристаллов литий-натриевого сульфата, активированного хромом ( $\text{LiNaSO}_4\text{:Cr}$ ), в количестве 0,001–0,04 мас.% в качестве рабочего вещества для термоэктоэлектронного эмиттера.

**Авторское свидетельство 1304584 СССР  
НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР**

Код(ы) МПК

G01T 1/202

Библиографическая ссылка А. с. 1304584 СССР. Неорганический сцинтиллятор /

*А. А. Алыбаков, С. М. Ерухимович, М. М. Кидибаев, В. С. Старцев, Б. В. Шульгин.* Дата регистрации: 15.12.1986**Реферат**

Изобретение относится к сцинтилляционной технике и предназначено для регистрации ионизирующих излучений, в частности для регистрации  $\beta$ - и электронного излучения на фоне  $\alpha$ -излучения. Целью изобретения является уменьшение  $\alpha/\beta$ -отношения неорганического сцинтиллятора, обладающего эффективным атомным номером, близким к эффективному атомному номеру биологической ткани. В качестве неорганического сцинтиллятора предполагается использовать кристаллы  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  (0,001–0,005 мол. %). Преимуществом сцинтилляторов на основе  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  является высокая химическая стойкость, негигроскопичность, наличие быстрой компоненты сцинтилляций ( $\sim 10$  нс), что обеспечивает повышенную загрузочную способность сцинтилляционного тракта. Кроме того, малая величина  $\alpha/\beta$ -отношения ( $\sim 0,0005$ ) обеспечивает надежную регистрацию электронов или  $\beta$ -излучения не только на фоне  $\alpha$ -излучения, но и на фоне тепловых нейтронов. Близость эффективного атомного номера сцинтиллятора  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$   $Z_{\text{эф}} = 8,1$  к эффективному номеру биологической ткани позволяет уменьшить «ход с жесткостью».

**Описание изобретения**

Изобретение относится к сцинтилляционной технике и предназначено для регистрации ионизирующих излучений, особенно для регистрации  $\beta$ - и электронного излучения на фоне  $\alpha$ -излучения.

Целью изобретения является уменьшение  $\alpha/\beta$ -отношения неорганического сцинтиллятора, обладающего эффективным атомным номером, близким к эффективному атомному номеру биологической ткани.

Сущность предложения заключается в применении кристаллов  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  (0,001–0,005 мол. %) в качестве неорганического сцинтиллятора.

Использованные кристаллы  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  (0,001–0,005 мол. %), выращенные методом Киропулоса на воздухе в платиновом тигле из реактивов марки «ОСЧ», охлаждаются до комнатной температуры вместе с печью. Вхождение урана в кристалл легко контролируется по спектрам поглощения, т.к. наличие урана обуславливает появление группы характеристических полос поглощения как в ультрафиолетовой области, так и в области 480–520 нм, а также обуславливает появление яркой люминесценции.

Из полученного монокристалла выкалывают образцы сцинтилляторов нужного размера (например,  $15 \times 15 \times 5$  мм) и закаляют от 700–800 °С до комнатной температуры. Приготовленный таким образом кристалл-сцинтиллятор готов к работе, он обладает световыходом  $C_{\text{от}} = 40\text{--}42\%$  относительно  $\text{CsJ:Tl}$  при возбуждении электронным пучком и может быть использован для регистрации  $\beta$ -излучения на фоне  $\alpha$ -излучения вследствие малого  $\alpha/\beta$ -отношения, равного 0,005. Длительность сцинтилляционного двухкомпонентного импульса равна  $\sim 5$  мкс (1-я компонента) и  $\sim 300$  мкс (2-я компонента). Имеется быстрая компонента длительностью  $\sim 10$  нс, которая при этом в 2–3 раза уступает основным компонентам по интенсивности.

*Пример.* Из шихты, содержащей, мол. %: фтористый литий – 99,999, азотнокислый уранил  $\text{U}_2(\text{NO}_3)_2$  – 0,001, способом Киропулоса выращен монокристалл, охлажден до комнатной температуры вместе с печью. Из полученного монокристалла выколоты образцы  $15 \times 15 \times 5$  мм, нагреты до 800 °С и закалены до комнатной температуры. Аналогичным образом готовили кристаллы других составов  $\text{LiF:U}_2(\text{NO}_3)_2$  (0,001–0,005).

Применение известных кристаллов  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  в качестве неорганических сцинтилляторов стало возможным благодаря обнаруженному сцинтилляционному эффекту в этих кристаллах при пониженном  $\alpha/\beta$ -отношении, что открывает возможность регистрировать  $\beta$ -излучение (и электронное излучение) на фоне  $\alpha$ -излучения.

Как видно из табл. 1, для составов с LiF, содержащих добавку азотнокислого уранила в пределах 0,001–0,005 мол. %, световыход сцинтилляций в стандартном спектрометрическом тракте составляет 40–42 % относи-

тельно световода эталона – промышленного сцинтиллятора CsJ:Tl, т. е. предлагаемый сцинтиллятор в 2,6–2,8 раз лучше по световыходу, чем известный сцинтиллятор LiF:Eu.

Таблица 1

Сцинтилляционные характеристики кристаллов

Кристалл – сцинтиллятор	Световыход, $\alpha$ -частицы	$C_{отн}$ электроны, %	$\alpha/\beta$	Длительность компонент сцинтилляций,		Максимум спектра сцинтилляций $\lambda$ , нм	Эффективный атомный номер, $Z_{эфф}$
				$T_1$ , мкс	$T_2$ , мкс		
LiF – 0,0005 мол. % $UO_2(NO_3)_2$	<0,1	5	0,02	~5	300	521–530	8,1
LiF – 0,001 мол. % $UO_2(NO_3)_2$	0,2	40	0,005	~5	300	521–530	8,1
LiF – 0,005 мол. % $UO_2(NO_3)_2$	0,2	42	0,005	~5	300	521–530	8,1
LiF – 0,05 мол. % $UO_2(NO_3)_2$	<0,1	20	0,005	~5	300	521–530	8,1
LiF – 0,001 мол. % U+0,2 мол. % Na	<0,2	16	0,01	~3	300	521–530	8,1
LiF – Eu	—	15	—	~1	—	430	8,1
Эталон CsJ–Tl [1]	100	100	1	0,5	—	560	54
ZnS–Ag	200	300	1,5	~1	—	450	27

Примечания:  $\alpha$ -частицы – Pu 239;  $E_\alpha=5,12$  МэВ; электроны  $E_e=0,2$  МэВ;  $C_{отн}$  – в процентах относительно CsJ–Tl с использованием ФЕУ–71.

Из табл. 1 также видно, что предлагаемый сцинтиллятор имеет рекордно низкое  $\alpha/\beta$ -отношение, равное 0,005, что в 40–200 раз меньше, чем у известных неорганических сцинтилляторов. Низкое  $\alpha/\beta$ -отношение позволяет надежно регистрировать  $\beta$ -излучение и электронные пучки на фоне  $\alpha$ -излучения.

При введении в LiF добавки азотнокислого уранила в меньшем количестве, чем 0,001 мол. %, например 0,0005 мол. %, световыход сцинтилляций уменьшается из-за уменьшения числа центров излучения. При содержании азотнокислого уранила более 0,005 мол. %, например 0,05 мол. %, световыход сцинтилляций резко падает (в 2 раза) из-за эффек-

тов концентрационного тушения. Добавка натрия к LiF:U уменьшает длительность компонента сцинтилляций  $\tau$  с 5 до 3 мкс, однако резко снижает световой выход с 40 до 16 % относительно CsF:Tl.

Дополнительным преимуществом предлагаемых сцинтилляторов на основе LiF:U является их более высокая химическая стойкость (негигроскопичны) по сравнению с CsJ:Tl или NaJ:Tl.

Наличие быстрой компоненты сцинтилляций у LiF:U ( $\leq 10$  нс) также обеспечивает дополнительное преимущество перед известными сцинтилляторами, а именно обеспечивает повышенную загрузочную способность сцинтилляционного тракта.

Малая величина  $\alpha/\beta$ -отношения ( $\sim 0,0005$ ) обеспечивает надежную регистрацию электронов или  $\beta$ -излучения не только на фоне  $\alpha$ -излучения, но и на фоне тепловых нейтронов (реакция  $(n;\alpha)$  для радионуклида  ${}^6\text{Li}$ ), что является дополнительным преимуществом сцинтилляторов LiF:UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> перед известными сцинтилляторами.

Эффективный атомный номер сцинтиллятора LiF:UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> равен  $Z_{\text{эф}} = 8,1$ , т. е. очень близок к  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани. Последнее является необходимым условием уменьшения «хода с жесткостью». В этом плане предложенный сцинтиллятор LiF:UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> имеет преимущество перед известными сцинтилляторами, свойства которых приведены в табл. 1.

### **Формула изобретения**

Применение кристаллов LiF:UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (0,001–0,005 мол. %) в качестве неорганического сцинтиллятора.

## Авторское свидетельство 1382206 СССР НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/202

Библиографическая ссылка А. с. 1382206 СССР. Неорганический сцинтиллятор / М. М. Кидибаяв, А. А. Алыбаков, Л. В. Викторов, А. В. Кружалов, Б. В. Шульгин. Дата регистрации: 15.11.1986

### Реферат

Изобретение относится к технике измерений ионизирующих  $\alpha$ -излучений с помощью сцинтиллирующих материалов. Целью изобретения является повышение сцинтилляционного световыхода и пространственного разрешения. Данная цель достигается использованием в качестве сцинтиллятора фторидов элементов I группы с активаторами в составе NaF 99,98–99,9;  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01–0,05;  $\text{CuF}_2$  0,01–0,05.

### Описание изобретения

Изобретение относится к сцинтилляционной технике и предназначено для регистрации  $\alpha$ - и  $\beta$ -излучения в дозиметрической радиационной технике, в радиографии, в ядерно-физических экспериментах и в фотодетектирующих системах с волоконно-оптическими линиями связи.

Целью изобретения является разработка токового сцинтиллятора с повышенным сцинтилляционным световыходом при повышенном пространственном разрешении пригодного для работы в сочетании с волоконно-оптическими трактами высокого пространственного разрешения.

Для достижения поставленной цели предложен сцинтиллятор, имеющий следующий состав, мол. %:

- NaF 99,98–99,9;
- $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01–0,05;
- $\text{CuF}_2$  0,01–0,05.

Сцинтиллятор NaF:U,Cu имеет в токовом режиме при работе с ФЭУ-71 относительный световыход в 1,3–1,4 раза больше, чем у известного сцинтиллятора CsI-Tl, и обладает достаточно высоким простран-

ственным разрешением до 25 линий на 1 мм при толщине 1,5 мм, а также спектром свечения, максимум которого расположен при  $\lambda_m = 550$  нм, что позволяет использовать его в сочетании с волоконно-оптическими волноводными трактами.

Предлагаемые сцинтиллирующие кристаллы NaF с примесями  $UO_2(NO_3)_2$  (0,01–0,05 мол. %) и  $CuF_2$  (0,01–0,05 мол. %) выращиваются методом Киропулоса на воздухе в платиновом тигле из реактивов марки «ОСЧ» и охлаждаются до комнатной температуры вместе с печью. Вхождение примеси легко контролируется по спектрам поглощения, так как наличие примеси урана обуславливает появление группы характерных полос поглощения в области 510–600 нм, а также появление яркой люминесценции.

*Пример 1.* Сцинтиллятор NaF:U,Cu из шихты, содержащей (в моль.%) 99,98 фтористого натрия; 0,01 азотнокислого уранила  $UO_2(NO_3)_2$  и 0,01 фтористой меди  $CuF_2$ . Монокристалл NaF:U,Cu выращен способом Киропулоса и охлажден до комнатной температуры вместе с печью. Из полученного монокристалла выколоты образцы  $15 \times 15 \times 1,5$  мм, нагреты до 800 °С и закалены до комнатной температуры. Остальные монокристаллы NaF:U,Cu выращены аналогичным образом. Сцинтилляционные и оптические свойства кристаллов-сцинтилляторов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства кристаллов – сцинтилляторов

Состав сцинтиллятора, мол. %			Сцинтилляционный выход при $\alpha$ -возбуждении, токовый режим	Поглощение в области 560 нм, $см^{-1}$	Число разрешаемых пар линий на 1 мм при толщине кристалла 1,5 мм	Максимум спектра свечения, нм	Длительность сцинтимпульса, нс	Эффективный атомный номер
NaF	$UO_2(NO_3)_2$	$CuF_2$						
99,998	0,001	0,001	0,05	0,06	20–25	550	$\leq 10$	10,2
99,98	0,01	0,01	1,37	0,06	20–25	550	$\leq 10$	10,2
99,96	0,02	0,02	1,40	0,06	20–25	550	$\leq 10$	10,2
99,90	0,05	0,05	1,35	0,06	20–25	550	$\leq 10$	10,2
99,80	0,10	0,10	0,08	0,06	20	550	$\leq 10$	10,2
CsI-Tl			1,0	0,05	—	400–600	750	54



*Пример 2.* Сцинтиллятор имеет состав, мол. %: NaF – 99,94;  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  – 0,03;  $\text{CuF}_2$  – 0,03. Для этого состава эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}} = 10,2$ . Сцинтилляционные и оптические свойства этого сцинтиллятора приведены в табл. 2.

Таблица 2

Параметры сцинтиллятора, пример 2

Параметр	Значение
Сцинтилляционный выход при $\alpha$ -возбуждении, токовый режим (относительно CsI:Tl)	1,35–1,40
Поглощение в области 560 нм, $\text{см}^{-1}$	0,06
Число разрешаемых пар линий на 1 мм при толщине кристалла 1,5 мм	20–25
Максимум спектра свечения, нм	550
Длительность сцинтиллимпульса, нс	$\leq 10$

Как видно из табл. 1 и 2, предлагаемый сцинтиллятор NaF:U,Cu при работе в токовом режиме по сцинтилляционной эффективности превышает в 1,37 раза известный базовый сцинтиллятор CsI:Tl.

Преимущество предлагаемого сцинтиллятора в сравнении с базовым сцинтиллятором заключается не только в более высоком токовом световыходе, но и в более высокой термической, химической и радиационной стойкости NaF:U,Cu. Сцинтиллятор CsI:Tl должен обязательно эксплуатироваться в специальном контейнере с окном из оптического материала, которое приводит к ухудшению пространственного разрешения сцинтилляционного тракта, сочетанного с волоконно-оптической системой. Кристаллы предлагаемого сцинтиллятора NaF:U,Cu могут работать без всякого контейнера непосредственно в контакте с входным устройством волоконно-оптического кабеля и входным, устройством интегрально-оптических пленочных систем.

Предлагаемый сцинтиллятор NaF:U,Cu имеет преимущества перед базовым сцинтиллятором при работе в токовом режиме, имеет повышенный световыход в диапазоне концентрации примесей  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  и  $\text{CuF}_2$  0,01–0,05 мол. % каждая. Понижение концентрации ниже 0,01 мол. % активаторов приводит к снижению сцинтилляционного выхода из-за снижения числа излучающих центров на внутрицентровом этапе сцинтилляционного

процесса. Повышение концентрации активаторов выше 0,05 мол. % (каждый), во-первых, труднодостижимо из-за низкой изоморфной емкости кристаллов NaF по отношению к примесям урана и меди, во-вторых, приводит к снижению сцинтилляционного световыхода из-за эффектов концентрационного тушения и расстояния световых вспышек на дефектах.

Кристаллы NaF:U,Cu отличаются достаточно высоким оптическим качеством, почти на уровне CsI:Tl, а также отличаются высоким пространственным разрешением (более 20–25 пар линий на 1 мм при толщине кристалла 1,5 мм). Высокое пространственное разрешение предлагаемого сцинтиллятора, зелено-желтое свечение и высокий световыход в токовом режиме делают его пригодным для работы в сочетании с волоконно-оптическими трактами высокого разрешения.

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтиллятора является возможность применения NaF:U,Cu для регистрации рентгеновского,  $\alpha$ - и  $\beta$ -излучения при работе в импульсном режиме с длительностью импульса 10 нс, что обеспечивает загрузочную способность сцинтилляционного тракта в 7 раз более высокую, чем у известного сцинтиллятора  $Y_3Al_5O_{12}:Ce$ , и в 100 раз более высокую загрузочную способность, чем у базового сцинтиллятора CsI:Tl, имеющего длительность сцинтилляций  $\sim 750$  нс.

### Формула изобретения

*Неорганический сцинтиллятор для регистрации  $\alpha$ -излучения в токовом режиме на основе фторидов элементов I группы, отличающийся тем, что с целью увеличения сцинтилляционного световыхода при повышенном пространственном разрешении он имеет состав, мол. %:*

- NaF 99,98–99,9;
- $UO_2(NO_3)_2$  0,01–0,05;
- $CuF_2$  0,01–0,05.

**Авторское свидетельство 1549392 СССР**  
**ТЕРМОЭКЗОЭЛЕКТРОННЫЙ ЭМИТТЕР**

Код(ы) МПК

H01J 1/14, 1/30

Библиографическая ссылка А. с. 1549392 СССР. Термоэкзоэлектронный эмиттер /  
А. А. Алыбаков, О. М. Арботов, В. С. Кортов,  
А. И. Сюрдо, Б. В. Шульгин. Дата регистрации:

08.11.1989

**Реферат**

Изобретение относится к электронной технике, в частности к эмиссионной электронике, использующей эффект термостимулированной экзoeлектронной эмиссии. Цель изобретения – обеспечение высокой экзoeлектронной эмиссии с катода в области низких температур (200–270 К). Для этого в качестве эмиттера используют монокристаллы дигидрофосфата лития, в решетку которого введен трехвалентный хром в количестве 0,04–0,07 мас. %. Кристаллы выращивают методом медленного испарения насыщенного водного раствора, в каждый добавляют примесь сернокислого хрома.

**Описание изобретения**

Изобретение относится к электронной технике, в частности к эмиссионной электронике, использующей эффекты термостимулированной экзoeлектронной эмиссии. Изобретение предназначено для калибровки и настройки термоэкзоэлектронных спектрометров и вторично-эмиссионных умножителей, работающих в области низких температур порядка температуры жидкого азота. Для такого применения необходимы термоэкзоэлектронные эфиттеры, обладающие достаточной эмиссией и не требующие для своего возбуждения электронного, рентгеновского или ультрафиолетового облучения.

Целью изобретения является обеспечение экзoeлектронной эмиссии с катода в области низких температур, в области 200–270 К, что достигается использованием в качестве эмиттера монокристалла дигидрофосфата лития, в решетку которого введен трехвалентный хром в определенном ко-

личестве (0,04–0,07 мас. %). Повышенная термоэлектронная эмиссия кристалла  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$  с добавкой трехвалентного хрома обусловлена особенностями кристаллической структуры матрицы (нецентрально-симметричная решетка) и связанными с ними сегнетоэлектрическими и пьезоэлектрическими свойствами, а также поливалентностью ионов хрома.

*Пример.* Монокристаллы  $\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}^{3+}$  выращивали методом медленного испарения насыщенного водного раствора с  $\text{pH} = 2,5$  при постоянной температуре  $45^\circ\text{C}$ . Для достижения такой кислотности в раствор добавляли небольшое количество ортофосфорной кислоты. Процесс выращивания кристаллов не требует сложной аппаратуры, так как выращивание кристаллов производится из водного раствора методом медленного испарения при температуре  $45^\circ\text{C}$ .

Примесь добавляли в раствор в виде сернокислого хрома  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  в количестве 1–4 г/л. Концентрацию примеси в кристаллах определяли атомно-абсорбционным методом. Изоморфная емкость матрицы  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$  по отношению к  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  невысокая, она не превышает 0,07 мас. %. Пример с концентрацией 0,08 %, приведенный в табл. 6, условный, он относится к поликристаллам. В табл. 6 приведены также данные об интенсивности эмиссионного тока кристаллов дигидрофосфата лития с различной концентрацией примеси хрома в сопоставлении с интенсивностью эмиссии эталона (ниобат лития), базового объекта  $\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}^{3+}$  и прототипа  $\text{LiH}_2\text{PO}_4$ . Все измерения, результаты которых представлены в табл. 1, приведены с естественных сколов монокристаллов, не подвергающихся после выращивания какой-либо обработке. Толщина пластинок с исследуемых образцов не превышала 1,5 мм.

Из табл. 1 видно, что при концентрации хрома в кристалле от 0,04 до 0,07% интенсивность эмиссии предложенных составов является достаточной для использования эмиттера при калибровке и настройке экзотермических спектрометров и при проверке чувствительности ВЭУ.

По сравнению с базовым эмиттером  $\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}^{3+}$ , пригодным для измерения лишь в области температур 365–430 К, предлагаемый эмиттер  $\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  позволяет проводить калибровочные измерения при более низких температурах 200–270 К.

Таблица 1

Выход термоэкоэлектронной эмиссии кристаллов

Материал эмиттера	Рабочий диапазон температур, К	Выход эмиссии, имп/с	$J/J_{\text{этало́на}}$
$\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,03 %)	200–270	$1,4 \cdot 10^5$	1,17
$\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,04 %)	200–270	$2,6 \cdot 10^5$	2,17
$\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,06 %)	200–270	$3,0 \cdot 10^5$	2,50
$\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,07 %)	200–270	$3,0 \cdot 10^5$	2,50
$\text{LiH}_2\text{PO}_4:\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,08 %)	200–270	$1,4 \cdot 10^5$	1,17
Известный эмиттер $\text{LiNaSO}_4:\text{Cr}^{3+}$	365–430	$(2,4-3,0) \cdot 10^5$	2–2,5

Дополнительными преимуществами предлагаемого рабочего вещества для экоэлектронного эмиттера являются дешевизна реактивов и простота метода выращивания кристаллов, не требующего сложной аппаратуры, так как выращивание кристаллов производится из водного раствора методом медленного испарения при температуре 45 °С.

#### Формула изобретения

*Термоэкоэлектронный эмиттер* на основе дигидрофосфата лития, отличающийся тем, что с целью повышения эмиссии в области 200–270 К он выполнен в виде монокристалла, в решетку которого введен трехвалентный хром в количестве 0,04–0,07 мас. %.

## **Авторское свидетельство 1570509 СССР ТЕРМОЛЮМИНОФОР**

Код(ы) МПК H01J 1/14, 1/30  
Библиографическая ссылка А. с. 1570509 СССР. Термолюминофор /  
М. М. Кидибаяв, А. А. Алыбаков, Б. К. Кенжебаев,  
В. С. Старцев, С. М. Ерухимович, Б. В. Шульгин. Дата  
регистрации: 08.02.1990

### **Реферат**

Изобретение относится к области дозиметрии рентгеновского и гамма-излучения, особенно к области низкотемпературной дозиметрии для контроля доз облучения элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников, работающих в полях ионизирующих излучений, в частности, в установках термоядерного синтеза.

Цель изобретения – повышение чувствительности при низкотемпературных измерениях дозозатрат рабочих элементов и устройств. Термолюминофор содержит, мол. %: азотнокислый уранил 0,001–0,005, оксид титана 0,01–0,03; фтористый литий – остальное. Термолюминофор имеет изолированный низкотемпературный термопик при 125 К. Интенсивность термовысвечивания при 125 К в 1,75 раза превышает интенсивность для известных термолюминофоров.

### **Описание изобретения**

Изобретение относится к области дозиметрии мягкого и жесткого рентгеновского (включая космическое рентгеновское) и гамма-излучения, особенно к области низкотемпературной дозиметрии для контроля доз облучения элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников, работающих в полях ионизирующих излучений, в частности в установках термоядерного синтеза.

Цель изобретения – повышение чувствительности термолюминофора к воздействию ионизирующих излучений при низкотемпературных 80 К измерениях дозозатрат рабочих элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников.

Предложенный термолюминофор имеет состав, мол. %:

- азотнокислый уранил 0,001–0,005;
- оксид титана 0,01–0,03;
- фтористый литий остальное.

На фиг. 1 приведены кривые термовысвечивания термолюминофора.

Предложенный термолюминофор на основе фторида лития LiF:U,Ti имеет изолированный низкотемпературный термопик при 125 К (при скорости нагрева 60 град/мин), другие (практически значимые) пики термовысвечивания находятся в области 80–450 К. Интенсивность термопика при 125 К, а следовательно, его чувствительность для случая наиболее оптимального состава в 1,75 раз превышает таковую для известного термолюминофора.

Спектр свечения предложенного термолюминофора LiF:U,Ti имеет максимум при 510–530 нм, что хорошо согласуется со спектральной чувствительностью фотоэлектронных умножителей с мультитщелочными фотокатодами. Термолюминофор LiF:U,Ti пригоден для работы в диапазоне доз до  $0,4 \cdot 10^5$  рад. Для измерения поглощенной дозы дозиметрический кристалл LiF:U,Ti облучают при 78–80 К, после чего его нагревают до 200–300 К. Дополнительной термообработки кристалла для следующего цикла дозиметрических измерений не требуется. Рабочая температура облучения термолюминофора соответствует температуре функционирования высокотемпературных сверхпроводников, элементов и устройств на их основе.

Дозиметрические кристаллы LiF:U,Ti выращивают методом Киропулоса в платиновом тигле из реактива марки особой частоты и охлаждают до комнатной температуры вместе с печью. Из полученных монокристаллов выкалывают образцы размером  $5 \times 5 \times 1$  мм, нагревают до 800 °С и закаливают до комнатной температуры, а затем помещают в криостат с жидким азотом. Приготовленные таким образом дозиметрические кристаллы готовы к работе и могут быть использованы для количественного определения дозы облучения. Для этого регистрируют кривую термолюминесценции облученного образца при постоянной скорости нагрева, измеряют интенсивность дозиметрического пика при 125 К (по высоте максимума

или интегральную) и по градуировочной кривой определяют поглощенную им дозу.

*Пример 1.* Из шихты, состоящей из фтористого лития с добавкой 0,001 мол. % азотнокислого уранила и 0,02 мол. % оксида титана, вышеописанным способом Киропулоса выращивают кристалл и приготавливают образец 1 (табл. 1). Образец помещают в специальную камеру с криостатом, охлаждают до 78–80 К и облучают на рентгеновской установке с рентгеновской трубкой, имеющей VT-антикатод (напряжение – 55 кВ, ток – 12 мА), до дозы 0,5–10<sup>3</sup> рад. При нагревании облученного образца с постоянной скоростью 60 град/мин регистрируют кривую термолюминесценции, представленную кривой 1 на фиг. 1. Кривая 3 представляет пик термолюминесценции при той же поглощенной дозе 0,5–10<sup>3</sup> рад известного кристалла.

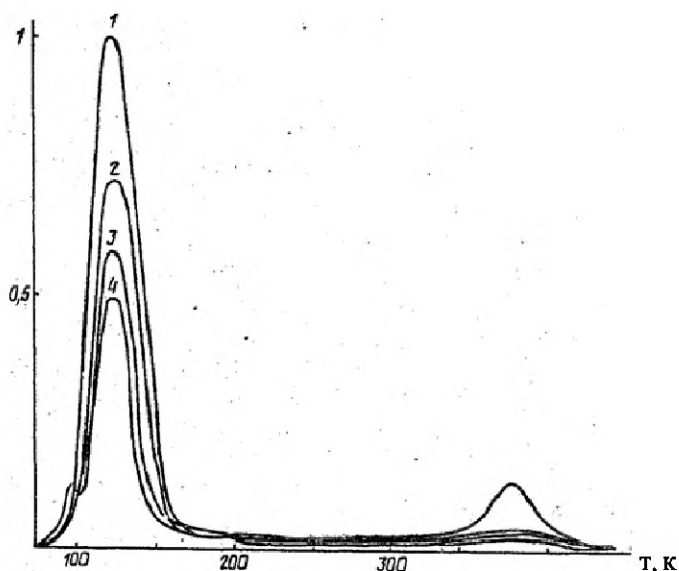
Таблица 1

Дозиметрические свойства кристаллов на основе фтористого лития

Образец	Содержание добавок, мол. %		Позиция рабочего пика, К	Рабочая температура облучения, К	Интенсивность термопика, о. е.
	Азотнокислый уранил	Оксид титана			
1	0,001	0,02	125	80	1,75
2	0,005	0,01	125	80	1,25
3	0,001	0,03	125	80	1,25
4	0,001	0,04	125	80	0,8
5	0,01	0,005	125	80	0,9
6	0,003	0,2	125	80	1,3
7	0,01	0,06	125	80	0,8
8	0,0005	0,006	125	80	0,9
9	Прототип LiF:U,Cu		125	80	1,0
10	Эталон – базовый объект ДТГ-4		125	80	0,57

*Пример 2.* Из шихты, состоящей из фтористого лития с добавкой 0,005 мол. % азотнокислого уранила и 0,01 мол. % оксида титана, вышеописанным способом Киропулоса выращивают монокристалл и приготавливают образец 2 (табл. 1). Образец облучают при тех же условиях, что и в примере 1. При нагревании облученного образца с постоянной скоростью 60 град/мин регистрируют кривую термолюминесценции, представленную кривой 2 на фиг. 1.





Фиг. 1. Кривые термовысвечивания

*Пример 3.* Из пихты, состоящей из фтористого лития с добавкой 0,001 мол. % азотнокислого уранила и 0,04 мол. % оксида титана, вышеописанным способом выращивают монокристалл и приготавливают образец 4 (табл. 1). Образец помещают в специальную камеру с криостатом, охлаждают до 78–80 К и облучают при тех же условиях, что и в примере 1. При нагревании облученного образца с постоянной скоростью 60 град/мин регистрируют кривую термолуминесценции, представленную кривой 4 на фиг. 1.

Свойства других дозиметрических образцов кристаллов  $\text{LiF:U,Ti}$ , выращенных по вышеописанному способу Киропулоса (образцы 4–8 в табл. 1) и облученных рентгеновским излучением при 78–80 К до дозы  $0,5\text{--}10^3$  рад, приведены в табл. 1. Каждому примеру соответствует свой пример согласно табл. 1.

Как видно из фиг. 1 и табл. 1, дозиметрические образцы  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,005 мол. %,  $\text{TiO}_2$  0,01–0,03 мол. % обладают в 1,75–1,25 раз более высокой чувствительностью к рентгеновскому излучению, нежели известные кристаллы.

Повышенное содержание оксида титана ( $> 0,03$  мол. %) приводит к снижению чувствительности термолуминофора (фиг. 1, кривая 4) из-за концентрационного тушения (примеры 4 и 7). Пониженное содержание оксида титана ( $< 0,01$  мол. %) также приводит к уменьшению чувствительности термолуминофора (примеры 5 и 8) вследствие снижения концентрации центров свечения.

Повышенное содержание азотнокислого уранила ( $> 0,005$  мол. %) приводит к снижению интенсивности термопика и, соответственно, чувствительности термолуминофора (примеры 5 и 7), возможно, вследствие концентрационного тушения обменно-связанных ионов уранила. Понижение содержания азотнокислого уранила ( $< 0,001$  мол. %) приводит к снижению интенсивности термопика, следовательно, к снижению чувствительности термолуминофора (пример 8) вследствие уменьшения концентрации центров свечения.

При регистрации гамма-излучения ( $^{137}\text{Cs}$ ,  $E=0,66$  МэВ) дозой  $1 \cdot 10^6$  рад с помощью  $\text{LiF:U,Ti}$  термолуминофоров результаты аналогичны приведенным в табл. 1.

Появление низкотемпературного пика термолуминесценции (125 K) при введении оксида титана в кристаллы фтористого лития с уранилом является неожиданным эффектом, поскольку обычно примесь титана стабилизирует (создает) высокотемпературный пик термовывесчивания при  $110^\circ\text{C}$ .

Дополнительным преимуществом предложенного термолуминофора является возможность проведения с его помощью низкотемпературных дозиметрических измерений потоков электронного излучения благодаря низкому эффективному атомному номеру.

Главным достоинством предложенного термолуминофора  $\text{LiF:U,Ti}$  является наличие высокоинтенсивного рабочего пика термолуминесценции (125 K) вблизи температуры жидкого азота, являющейся рабочей температурой для высокотемпературных сверхпроводников, а также элементов

и устройств: на их основе. Термолюминофоры  $\text{LiF:U,Ti}$  пригодны для использования в качестве низкотемпературных детекторов сопровождения рабочих элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников, работающих в полях ионизирующих излучений, например в установках термоядерного синтеза типа «ТОКАМАК» для определения в них дозозатрат рентгеновского, гамма- и электронного излучения в линейном диапазоне доз  $10^{-5}$ – $10^4$  рад.

### **Формула изобретения**

*Термолюминофор для регистрации рентгеновского и гамма-излучения на основе фторида лития с примесью азотнокислого уранила, отличающийся тем, что с целью повышения чувствительности при низкотемпературных 80 К измерениях дозозатрат рабочих элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников он дополнительно содержит оксид титана и имеет состав, мол. %:*

- азотнокислый уранил      0,001–0,005;
- оксид титана                0,01–0,03;
- фтористый литий          остальное.

## **Авторское свидетельство 1814393 СССР ШИХТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОЛЮМИНОФОРА**

Код(ы) МПК

G01T 1/11

Библиографическая ссылка А. с. 1814393 СССР. Шихта для получения термолюминофора / А. А. Алыбаков, З. М. Казакбаева, М. М. Кидибаяв, И. Н. Огородников, Б. В. Шульгин. Дата регистрации: 11.10.1992

### **Реферат**

Область использования: низкотемпературная термолюминесцентная дозиметрия мягкого и жесткого рентгеновского и  $\gamma$ -излучения, работающего в сочетании с фотоэлектронными умножителями, имеющими сурьмяно-цезиевые фотокатоды, чувствительные к излучению в синей области спектра. Шихта содержит, мол. %: азотнокислый уранил 0,008–0,015; фтористый свинец 0,15–0,6; углекислый натрий 0,003–0,008; фтористый натрий – остальное. Получаемый из предложенной шихты термолюминофор имеет рабочий термопик при 205 К, спектр свечения в области 380–410 нм, рабочую температуру облучений 78–80 К и высокочувствителен к излучению при дозах до  $0,5 \cdot 10^5$  рад.

### **Описание изобретения**

Изобретение относится к области дозиметрии мягкого и жесткого рентгеновского (включая космическое рентгеновское) и гамма-излучения, особенно к области низкотемпературной дозиметрии для контроля доз облучения элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников, работающих в полях ионизирующих излучений, в частности, в установках термоядерного синтеза.

Наиболее близкой к заявляемой по составу и выполняемым функциям является шихта для получения термолюминофора, которая содержит; азотнокислый уранил 0,005 мол. % и фтористый натрий – остальное. В получаемый из этой шихты кристалл термолюминофора имплантирован свинец –  $(4,5-6,3) \cdot 10$  ат/см. Получаемый из шихты термолюминофор, имплантированный свинцом, обладает интенсивностью пиков термовысвечивания

в сравнении с моноактивированным образцом NaF:Pb и с эталоном ДТГ-4 (табл. 1). В табл. 2 представлены данные по составу шихты и основные термолюминесцентные свойства.

Таблица 1

Сведения о термолюминофорах

Температура пиков термовысвечивания, К	Интенсивность термовысвечивания для различных составов		
	LiF:Mg,Ti (ДТГ-4) эталон	NaF:Pb	NaF:Pb,U
140	100	—	—
205	—	5,4	57,7

Таблица 2

Термолюминесцентные свойства термолюминофоров, получаемых из шихты на основе фтористого натрия при рабочей температуре облучения рентгеновским излучением 80 К

№ образца	Содержание			Позиция рабочего пика термолюминесценции, К	Интенсивность термопика, о. е.
	Азотнокислый уранил	Фтористый свинец	Углекислый натрий		
1	0,008	0,15	0,003	205	145
2	0,015	0,30	0,008	205	145
3	0,008	0,60	0,005	205	150
4	0,008	0,50	0,003	205	165
5	0,001	0,05	0,001	180, 205	60
6	0,020	0,85	0,005	180, 205	57
7	0,001	0,05	0,030	180, 205	47
8	0,008	0,65	0,003	180, 205	140
9	Прототип NaF:Pb			205	57,7
10	Эталон – базовый объект ДТГ-4			140	100

Наиболее интенсивный пик термовысвечивания для термолюминофора, получаемого из шихты, был зафиксирован при 205 К. Пик зафиксирован для кристаллов NaF, выращенных по методу Стокбаргера в атмосфере аргона и подвергнутых ионной имплантации свинцом. Как видно из табл. 1, выход термостимулированной люминесценции (ТСЛ) моноактивированных образцов NaF:Pb составил 5,4% относительно такового для эталона ДТГ-4. Шихта, обеспечивающая смешанную активацию азотнокислым уранилом и свинцом – NaF:U,Pb, повысила выход ТСЛ более, чем на порядок (до 57,7%) относительно эталона ДТГ-4. Спектр свечения термолюми-

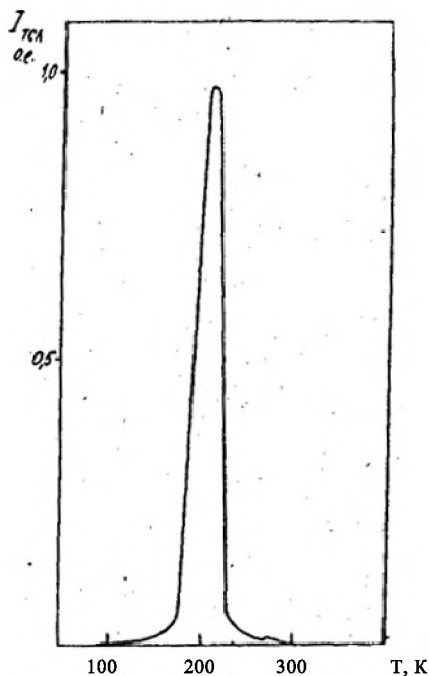
нофора имеет максимум при 390 нм, что хорошо согласуется со спектральной чувствительностью сурьмяно-цезиевых фотокатодов. Однако интенсивность пиков термовысвечивания, соответственно, и чувствительность термолуминофора, получаемого из известной шихты, ниже, чем у известного термолуминофора – эталона  $\text{LiF:Mg,Ti}$  (ДТГ-4).

Цель изобретения – повышение чувствительности термолуминофора, пригодного для работы в сочетании с сурьмяно-цезиевыми фотокатодами фотоприемников, к воздействию ионизирующих излучений в случае низких рабочих температур (80 К) при измерениях дозозатрат рабочих элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников.

Для достижения указанной цели в шихту на основе фторида натрия дополнительно вводят углекислый натрий к одновременно вводимым фториду свинца и азотнокислему уранилу, так что шихта имеет состав, мол. %:

- азотнокислый уранил 0,008–0,015;
- фтористый свинец 0,15–0,6;
- углекислый натрий 0,003–0,008;
- фтористый натрий остальное.

Получаемый из предложенной шихты термолуминофор имеет после рентгеновского или гамма-облучения практически изолированный низкотемпературный пик ТСЛ при 205 К, представленный на фиг. 1, при скорости нагрева  $0,3 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ . Спектр люминесценции такого термолуминофора при термовысвечивании имеет максимум при 380–410 нм, что почти идеально согласуется со спектральной чувствительностью наиболее распространенных фотоэлектронных умножителей с сурьмяно-цезиевыми фотокатодами. Термолуминофор, получаемый из предлагаемой шихты, пригоден для измерения поглощенной дозы до  $0,5\cdot 10$  рад. Чувствительность получаемого из предлагаемой шихты термолуминофора при низкотемпературных измерениях дозы превышает в 2,4–2,6 раза чувствительность известного термолуминофора  $\text{NaF:U,Pb}$  и в 1,45–1,65 раз превышает таковую для эталона ДТГ-4. Рабочая температура получаемого из предложенной шихты термолуминофора (78–80 К), соответствует температуре функционирования высокотемпературных сверхпроводников, элементов и устройств на их основе.



Фиг. 1. Кривая термовысвечивания

*Пример 1.* Из шихты, состоящей из фтористого натрия с добавкой 0,008 мол. % азотнокислого уранила, 0,15 мол. % фтористого свинца и 0,003 мол. % углекислого натрия (все реактивы марки «ОСЧ») выращивают методом Киропулоса в платиновом тигле кристалл термолуминофора и охлаждают до комнатной температуры вместе с печью. Из полученного кристалла получают образец № 1 (см. табл. 2) путем выкалывания из выращенной були. Образец № 1 имеет размеры  $5 \times 5 \times 1$  мм. Образцы, полученные путем выкалывания из були, отжигаются при температуре  $600^\circ C$ . Образец № 1 помещают в специальную камеру с криостатом, охлаждают до температуры жидкого азота, облучают на рентгеновской установке типа УРС-0,1 с рентгеновской трубкой, имеющей W-антикатод (напряжение 55 кВ, ток 12 мА) до дозы 0,5–10 рад. При нагревании облученного образца с постоянной скоро-

стью  $0,3 \text{ K}\cdot\text{с}^{-1}$  зарегистрирована кривая термолюминесценции с термопиком при 205 К (фиг. 1). Интенсивность второго термопика при 280 К почти на 2 порядка ниже. Как видно из табл. 2, интенсивность термопика для термоллюминофора, полученного из предлагаемой шихты, в 1,5 раз выше, чем таковая у эталона ДТГ-40, и в 2,5 раза выше, чем у прототипа  $\text{NaF:U,Pb}$ .

*Пример 2.* Из шихты, состоящей из фтористого натрия с добавкой 0,015 мол. % азотнокислого уранила, 0,3 мол. % фтористого свинца и 0,008 мол. % углекислого натрия (все реактивы марки «ОСЧ»), выращивают вышеописанным методом Киропулоса кристалл и готовят образец термоллюминофора № 2 (см. табл. 2). Образец облучают, а затем нагревают при тех же условиях, что и в примере 1. Зафиксирован термопик при 205 К, интенсивность которого в 2,5 раза выше, чем у прототипа  $\text{NaF:U,Pb}$ , и в 1,45 раза выше, чем у эталона ДТГ-4.

*Пример 3.* Из шихты, состоящей из фтористого натрия с добавкой 0,008 мол. % азотнокислого уранила, 0,6 мол. % фтористого свинца и 0,005 мол. % углекислого натрия (все реактивы марки «ОСЧ»), выращивают вышеописанным способом Киропулоса кристалл и готовят образец термоллюминофора № 3 (см. табл. 2). Образец облучают, а затем нагревают при тех же условиях, что и в примере 1 и 2. Зафиксирован термопик при 205 К, интенсивность которого в 2,620 раза выше, чем интенсивность прототипа  $\text{NaF:U,Pb}$ , и в 1,5 раза выше таковой у эталона.

Свойства других термоллюминофоров, полученных из предложенной шихты по способу Киропулоса (образцы №№ 4–8) и облученных рентгеновским излучением при 78–80 К до дозы  $0,5\cdot 10^3$  рад, приведены в табл. 2. Как видно из фиг. 1 и табл. 2, термоллюминофору  $\text{NaF:U,Pb,O}$ , получаемые из предложенной шихты, обладают в 2,4–2,86 раз более высокой чувствительностью к рентгеновскому излучению, нежели термоллюминофор-прототип  $\text{NaF:U,Pb}$ , и в 1,4–1,65 раза более высокой чувствительностью, нежели эталонный термоллюминофор ДТГ-4.

Повышенное содержание фтористого свинца в шихте ( $> 0,6$  мол. %) 0,85 мол. %, пример 6, приводит к понижению чувствительности термоллюминофора из-за возможного концентрационного тушения, хотя этот эффект из-за низкой изоморфной емкости кристаллов фтористого натрия не дол-



жен быть сильно выражен. Действительно, при незначительном превышении оптимальной верхней границы содержания фтористого свинца в шихте, снижение выхода термостимулированной люминесценции достигает лишь 10% относительно интенсивности для среднеоптимальных составов шихты, пример 8.

Кроме вышеуказанного, повышенное содержание фтористого свинца в шихте ведет к появлению дополнительного термопика при 180 К, который близко расположен к рабочему термопика и искажает дозиметрическую информацию. Если погрешность измерений дозы для оптимальных термолюминофоров с одним пиком ТСЛ при 205 К, получаемых на основе предложенной шихты, составляет  $\sim 3\%$ , то в случае появления дополнительного пика при повышенных, а также при пониженных содержаниях фтористого свинца в шихте погрешность увеличивается в 1,5–2 раза. Пониженное содержание фтористого свинца в шихте ( $< 0,15$  мол. %) приводит к снижению чувствительности термолюминофора (примеры 5 и 7) вследствие снижения концентрации центров свечения.

Повышенное содержание азотнокислого уранила ( $> 0,015$  мол. %) приводит к снижению интенсивности рабочего термопика и, соответственно, чувствительности термолюминофора (пример 6), возможно, вследствие концентрационного тушения ионов уранила и вследствие смещения спектров свечения в зелено-желтую область, т. е. в область меньшей чувствительности сурьмяно-цезиевого фотокатода фотоэлектронного умножителя. Понижение содержания азотнокислого уранила ( $< 0,008$  мол. %) приводит к снижению интенсивности термопика и, соответственно, к снижению чувствительности термолюминофора (примеры 5 и 7) из-за уменьшения концентрации центров свечения.

Повышенное, содержание углекислого натрия в шихте, обеспечивающего формирование кислородсодержащих центров захвата и свечения, приводит (пример 7) к значительному снижению интенсивности рабочего термопика, появлению конкурирующего термопика и увеличению погрешности измерений. Пониженное содержание углекислого натрия в шихте приводит к снижению интенсивности рабочего термопика из-за снижения концентрации сложных кислородсодержащих центров свечения, оказывающих существенное влияние на выход люминесценции – центров.

При регистрации гамма-излучения ( $^{137}\text{Cs}$ , 0,661 МэВ) дозой до  $10^5$  рад с помощью термолуминофоров  $\text{NaF:U,Pb,O}$  результаты аналогичны приведенным в табл. 2.

Появление высокоинтенсивного низкотемпературного пика термолуминесценции (205 К) при добавлении углекислого натрия (фактически кислородных центров) к парным активаторам – азотнокислому уранилу  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  и фтористому свинцу  $\text{PbF}_2$  – явилось неожиданным эффектом, поскольку кислородсодержащие центры в  $\text{NaF}$  обычно способствуют появлению высокотемпературных термопиков при 395 и 495 К.

Дополнительным преимуществом предлагаемого термолуминофора на основе  $\text{NaF}$  является несколько более высокая эффективность регистрации гамма-излучения, нежели у эталонов на базе  $\text{LiF}$ , вследствие более высокоэффективного атомного номера:  $Z_{\text{эф}}(\text{LiF}) = 8,1$ ;  $Z_{\text{эф}}(\text{NaF}) = 10,2$ . Возможность эффективной регистрации потоков электронного излучения для  $\text{NaF}$  имеется так же, как и для  $\text{LiF}$ , благодаря их низким  $Z_{\text{эф}}$  и, соответственно, благодаря пониженным значениям альбеда при измерении электронных пучков или бета-излучения.

Дополнительным преимуществом получаемого из предлагаемой шихты термолуминофора является возможность регистрации с его помощью нейтронного излучения (тепловых нейтронов) при использовании радионуклида  $\text{U}$  в ураниловой соли  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ .

Достоинством предлагаемой шихты для получения термолуминофора  $\text{NaF:U,Pb,O}$  является наличие высокоинтенсивного рабочего термопика при пониженных температурах 205 К, т. е. такие термолуминофоры можно использовать в качестве низкотемпературных детекторов сопровождения рабочих элементов и устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников, работающих в полях ионизирующих излучений для определения дозозатрат рентгеновского, гамма- и электронного излучения в линейном диапазоне  $10^{-5}$ – $10^4$  рад.

### Формула изобретения

*Шихта для получения термолуминофора для регистрации рентгеновского и гамма-излучения на основе фторида натрия с добавками азотнокислого уранила и фтористого свинца, отличающаяся тем, что с целью повышения чувствительности термолуминофора, пригодного для работы в*

сочетании с сурьмяно-цезиевыми фотокатодами фотоприемников, к воздействию ионизирующих излучений в случае низких рабочих температур (80 К) при измерениях дозозатрат рабочих элементов и устройств на основе высокотемпературных сверхпроводников она дополнительно содержит углекислый натрий и имеет состав, мол. %:

- азотнокислый уранил      0,008–0,015;
- фтористый свинец        0,15–0,6;
- углекислый натрий        0,003–0,008;
- фтористый натрий        остальное.

## Патент 2148837 РФ НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/202, 3/06

Библиографическая ссылка Пат. 2148837 РФ. Неорганический сцинтиллятор /

*Б. В. Шульгин, Д. В. Райков, М. М. Кидибаев, К. Шаршеев, М. К. Сатыбалдиева.* Заявл. 19.04.1999; опубл. 10.05.2000. Бюл. № 13.

### Реферат

Использование: регистрация альфа- и нейтронного излучения.

Сущность: применение кристаллов  $\text{LiKSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  в качестве неорганического сцинтиллятора.

Технический результат: обеспечение выполнения метрологических требований для индивидуальной дозиметрии, высокая химическая стойкость (негигроскопичность), избирательность к альфа-излучению и нейтронному излучению на фоне гамма-излучения.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области регистрации альфа- и нейтронного излучений и пригодно для использования в комплексах и системах радиоэкологического мониторинга для установления зон радиационного загрязнения, а также для целей персональной дозиметрии.

Известен неорганический сцинтиллятор на основе кристаллов  $\text{LiI}:\text{Eu}$  (Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов М.: МГУ, 1963. 151 с.), пригодный для регистрации нейтронов. Однако этот известный сцинтиллятор с максимумом спектра свечения 480 нм обладает низкой химической стойкостью – он гигроскопичен. Кроме того, он обладает большой длительностью сцинтилляционной вспышки 1400 нс, вследствие чего не пригоден для использования в сцинтилляционных трактах с повышенной нагрузочной способностью. Известный сцинтиллятор  $\text{LiI}:\text{Eu}$  имеет высокий эффективный атомный номер ( $Z_{\text{эф}} = 52$ ) намного превышающий таковой номер для костной биологиче-

ской ткани ( $Z_{эф} = 12$ ), что не позволяет, строго говоря, использовать его для персональной дозиметрии из-за «хода с жесткостью».

Известен неорганический сцинтиллятор на основе кристаллов CsI:Tl (Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 151 с.). Однако сцинтиллятор на основе кристаллов CsI:Tl с максимумом свечения 565 нм, будучи достаточно химически устойчивым (негигроскопичен), не пригоден для регистрации нейтронов. Кроме того, при регистрации альфа-излучения он имеет весьма большую длительность сцинтилляционной вспышки (от 450 до 1000 нс), что не позволяет его использовать в сцинтилляционных трактах с повышенной нагрузочной способностью. Из-за высокого  $Z_{эф} = 54$  этот сцинтиллятор не пригоден для индивидуальной дозиметрии.

Известен неорганический сцинтиллятор на основе кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (Неорганические сцинтилляционные материалы / Л. В. Викторов [и др.] // Изв. АН СССР. Неорг. материалы. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005–2029). Однако сцинтиллятор на основе кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ , с максимумом свечения при 480–510 нм, обладая повышенной химической и термической стойкостью и будучи чувствительным к альфа-излучению, не чувствителен к нейтронам. Кроме того, он обладает большой длительностью сцинтилляций (300 нс), а его эффективный атомный номер  $Z_{эф} = 74$  сильно отличается от эффективного атомного номера биологической ткани, поэтому он не пригоден для персональной дозиметрии.

Известен неорганический сцинтиллятор на основе кристаллов NaI:Tl (Неорганические сцинтилляционные материалы / Л. В. Викторов [и др.] // Изв. АН СССР. Неорг. материалы. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005–2029), обладающий самым высоким световыходом сцинтилляций с максимумом спектра свечения при 410 нм, но большой длительностью световых вспышек (250 нс). Однако данный сцинтиллятор не пригоден для регистрации нейтронов. Кроме того, сцинтиллятор NaI:Tl имеет высокий  $Z_{эф} = 50$ , что не позволяет использовать данный кристалл для индивидуальной сцинтилляционной дозиметрии. Дополнительным недостатком сцинтиллятора NaI:Tl является его гигроскопичность, что усложняет условия его технической эксплуатации.

Известен состав  $\text{LiKSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  (*Alybakov A. A. Optical absorption and EPR spectra of  $\text{Cu}^{2+}$  ions in  $\text{LiKSO}_4$  Single Crystals / A. A. Alybakov, V. A. Gubahova, K. Sharshiev // Phys. Stat. Sol. 1988. Vol. 146. P. K135–K139; Brezewski T. Anomalous changes in the pyroelectric and dielectric properties of  $\text{LiKSO}_4$  crystals / T. Brezewski, T. Krajevski, B. Mroz // Ferroelectrics. 1981. Vol. 33. P. 9–12*). Известно использование этого состава в качестве пиро- или сегнетоэлектриков, а также в качестве датчика электронного парамагнитного резонанса, т. е. ЭПР-датчика. Состав  $\text{LiKSO}_4$  кристаллизуется в гексагональной сингонии, постоянные решетки равны  $a = 5,13 \text{ \AA}$ ,  $c = 6,82 \text{ \AA}$ . Кристаллы  $\text{LiKSO}_4$  обладают аномальными пироэлектрическими и диэлектрическими свойствами, связанными с фазовым переходом при температуре 196 К. Однако применение кристаллов  $\text{LiKSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  в качестве неорганического сцинтиллятора для регистрации альфа-излучения и нейтронов неизвестно и в литературе не описано. Сущность изобретения заключается в применении состава  $\text{LiKSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  в качестве сцинтиллятора для регистрации альфа-излучения и нейтронов. Поскольку какие-либо данные по сцинтилляционным свойствам  $\text{LiKSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  в литературе отсутствуют, предложенный неорганический сцинтиллятор соответствует критерию «существенные отличия» и критерию новизны.

Кристаллы  $\text{LiKSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  были выращены при температуре  $40^\circ\text{C}$  из водного раствора  $\text{LiSO}_4$ ,  $\text{KSO}_4$  и  $\text{H}_2\text{O}$  в соотношении 1:1:1 при добавлении в исходный раствор сульфата меди  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в количестве, соответствующем изоморфной емкости кристалла  $\text{LiKSO}_4$ , т. е. в количестве 8–10 г/л. Для выращенных кристаллов характерна слабая бледно-голубая окраска. Кристаллы имели форму бипирамиды. Для применения в сцинтиллоке (в сочетании с фотоэлектронным умножителем) из кристалла вырезали пластинки толщиной 5 мм и диаметром 10–15 мм.

Применение известных кристаллов  $\text{LiKSO}_4$  в качестве неорганических сцинтилляторов стало возможным благодаря обнаруженному для них авторами сцинтилляционному эффекту с повышенным быстродействием и близости эффективного атомного номера  $Z_{\text{эф}} = 14,5$  этих кристаллов к эффективному атомному номеру биологической костной ткани  $Z_{\text{эф}} = 12$ . Последнее снимает проблему «хода с жесткостью» и обеспечивает выполнение метрологических требований для индивидуальной дозиметрии.

Предлагаемый сцинтиллятор обладает ярко-голубым свечением, максимум сцинтилляционной вспышки расположен при 435–445 нм (вся полоса свечения расположена в области 370–510 нм, полуширина полосы ~ 75 нм). Длительность сцинтилляционной вспышки ~ 90 нс.

Световой выход сцинтилляций  $C_{\text{отн}}$  для кристаллов  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}^{2+}$  составляет 30 % относительно световыхода кристаллов  $\text{LiI:Eu}$ , однако предложенный сцинтиллятор обладает в 15 раз меньшей длительностью сцинтилляций и обеспечивает, соответственно, в 10–15 раз более высокую загрузочную способность. Сцинтиллятор на основе  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}^{2+}$  обладает более высокой химической стойкостью (негигроскопичен) по сравнению с  $\text{LiI:Eu}$ .

Предлагаемый сцинтиллятор регистрирует, как и кристалл  $\text{LiI:Eu}$ , тепловые нейтроны в соответствии с реакцией  ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$ , т. е. тепловые нейтроны поглощаются ядрами изотопа  ${}^6\text{Li}$  (до 7 % в естественной смеси изотопов или обогащенные по  ${}^6\text{Li}$  составы до  $10^{21}\text{--}10^{22}\text{ см}^{-3}$ ) с последующим альфа-распадом и образованием ядер трития  ${}^3\text{H}$ .

Световой выход сцинтилляций  $C_{\text{отн}}$  для кристаллов  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}^{2+}$  составляет ~ 10–12 % относительно световыхода кристаллов  $\text{CsI:Tl}$ , однако предложенный сцинтиллятор обладает в 11 раз более короткой длительностью сцинтилляций, нежели кристалл  $\text{CsI:Tl}$ .

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтиллятора является его определенная избирательность к альфа-излучению и нейтронному излучению на фоне гамма-излучения. Эта избирательность обусловлена низким эффективным атомным номером кристаллов  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}^{2+}$ , что, особенно при малых толщинах кристаллов, делает их слабо чувствительными к гамма-излучению. Низкий  $Z_{\text{эф}}$  кристаллов  $\text{LiKSO}_4$  обеспечивает меньшую энергетическую зависимость чувствительности изготавливаемых на их основе детекторов.

### Формула изобретения

Применение кристаллов  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}^{2+}$  в качестве неорганического сцинтиллятора.

## Патент 2190240 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/20

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2190240 РФ. Сцинтилляционный детектор /  
*Б. В. Шульгин, Т. С. Королева, В. Л. Петров, Д. В. Рай-  
ков, Л. В. Жукова, В. В. Жуков, Д. Б. Шульгин. Заявл.*  
13.11.2000; опубл. 27.09.2002. Бюл. № 27.

### Реферат

**Использование:** в комплексах и системах радиационного мониторинга для обнаружения делящихся материалов и радиоактивных веществ в недоступных для обычных детекторов каналах, щелях, лабиринтах, трубах; изобретение пригодно также для регистрации нейтрино при глубоководных измерениях. **Сущность:** сцинтиллятор датчика выполнен в виде сцинтилляционного волоконно-оптического кабеля, состоящего из чехла-оболочки и витой пары или набора нескольких витых пар из волоконно-оптических нитеподобных сцинтилляторов-световодов, один из которых – неорганический сцинтиллятор, изготовленный из галогенидов серебра ( $\text{AgCl-AgBr}$ ) с активирующими добавками, чувствителен к гамма-излучению и замедленным нейтронам, второй, органический сцинтиллятор, выполнен из пластика  $(\text{CH})_n$ , чувствителен к быстрым нейтронам. Выносной конец сцинтилляционного кабеля снабжен отражателем света, а другой конец оптически соединен с фотоэлектронным умножителем. Технический результат – возможность обнаружения радиационного излучения в труднодоступных местах, повышение эффективности регистрации нейтрино.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области детектирования скрытых источников нейтронного и гамма-излучения и может быть использовано в дозиметрической таможенной и криминалистической практике, а также в системах специального технического контроля, предназначенных для обнаружения и идентификации изделий из делящихся материалов (ДМ), являющихся источниками нейтронного и гамма-излучения, и материалов, относящихся к классу радиоактивных веществ (РВ) (гамма-источников); изо-



брение пригодно также для проведения глубоководной регистрации нейтрино в экспериментах типа «DUMAND».

Известны сцинтилляционные детекторы гамма-излучения, имеющие датчик из неорганического сцинтиллятора с фоточувствительным элементом (фотоэлектронным умножителем или фотодиодом) и блок электронной обработки сигналов (Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 151 с.; Физический энциклопедический словарь. Т. 5. М.: Советская энциклопедия, 1966. С. 109; Пат. 4483808 США). Кристаллы сцинтиллятора (щелочно-галогенидные кристаллы или кристаллы на оксидной основе) имеют обычно цилиндрическую форму диаметром от 10 до 150 мм и высотой от 10 до 150 мм или они имеют квадратную форму  $10 \times 10 \times 10 \text{ мм}^3$  при фотодиодной регистрации. Эффективность регистрации гамма-излучения такими детекторами достаточно высока. Однако такие детекторы, в том числе переносные, не могут быть использованы для специального технического контроля при поиске ДМ и РВ в щелях, в узких трубах или других местах лабиринтного типа, куда доступ твердотельных негибких сцинтиллоков невозможен. Известные сцинтилляционные детекторы не пригодны для использования в глубоководных детекторах типа DUMAND – Deep Underwater Muon and Neutrino Detector» (Photomultiplier tubes. Principles and Applications. Philips Photonics. Philips Export, 1994).

Известен волоконно-оптический детектор (Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 151 с.). В качестве датчика содержит нити из пластикового сцинтиллятора диаметром 1 мм, заполняющие люцитовый каркас размером  $100 \times 100 \times 100 \text{ мм}^3$ . Такой детектор имеет низкую эффективность регистрации гамма-излучения, и, главное, он не предназначен для дистанционной работы в щелях или трубах глубиной до 10–15 м, а также не пригоден для глубоководной регистрации излучений из-за малой чувствительности.

Известен трековый детектор (Свидетельство Роспатента от 16.02.1996 № 1756 на полезную модель «Волоконно-оптический трековый детектор»), датчик которого состоит из набора сцинтилляционных волокон на основе галогенидов серебра при диаметре волокна 0,05 мм (диаметр сборки в люцитовом каркасе 50 мм), а в качестве фотоприемника применен

электронно-оптический преобразователь с микроканальной пластиной. Этот детектор пригоден для определения треков регистрируемых частиц большой энергии, однако не пригоден для дистанционного обнаружения гамма-источников, находящихся в узких и длинных лабиринтных щелях и трубах. Неизвестно его применение для регистрации нейтронов. Он не пригоден для глубоководной регистрации нейтрино.

Известен сцинтилляционный детектор бета-, гамма- и нейтронного излучения (Пат. 2142147 РФ), содержащий в качестве датчика сцинтилляционный кристалл, например  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$  или стильбен, сместитель спектра в виде тонкой сцинтиллирующей пленки или кристалла и кремниевый PIN-фотодиод в качестве фотоприемника. Однако такой детектор не предназначен для одновременной регистрации нейтронного и гамма-излучения (кристалл  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$  не регистрирует нейтроны) и не пригоден для поиска и обнаружения ДМ и РВ в узких щелях лабиринтного типа цилиндрического или любого другого сечения. Этот детектор не пригоден для глубоководной регистрации излучений из-за малой чувствительности.

Известны волоконно-оптические детекторы гамма-излучения на основе кварцевых волокон (*Dianov E. M. [et al.]. Electronics letters. 1995. Vol. 31, № 17. P. 1490–1491*) и на основе волокон KU или KS-4V (*Dianov E. M. [et al.]. Electronics letters. 1999. Vol. 35, № 2. P. 170–171*). Однако они представляют собой детекторы интегрального абсорбционного типа. Измерение дозы облучения проводят, измеряя интенсивность наведенных излучением полос в спектрах поглощения волокон. Такие детекторы не пригодны для работы в режиме реального (online) времени. Кроме того, они чувствительны только к высоким дозам гамма-излучения (от десятков грей до мегагрей). Они не чувствительны к слабым потокам ионизирующих излучений и не пригодны для обнаружения радиоактивных веществ в реальной рабочей обстановке. Они совершенно не пригодны для глубоководной регистрации излучений.

Известен кристаллический сцинтиллятор ЛИЯ-2 (Пат. 2066464 РФ) для сцинтилляционного детектора, отличающийся пластичностью, малым временем высвечивания и высокой прозрачностью в видимом и инфракрасном диапазонах. Основу кристаллов сцинтиллятора ЛИЯ-2 составляют галогениды серебра ( $\text{AgCl}-\text{AgBr}$ ). В Пат. 2066464 РФ описано применение

кристаллического сцинтиллятора ЛИЯ-2 для регистрации альфа-частиц (Pu-239), ускоренных электронных пучков наносекундной длительности и рентгеновского излучения. Однако применение сцинтиллятора (Пат. 2066464 РФ) для регистрации нейтронов неизвестно. Применение сцинтиллятора ЛИЯ-2 в виде волокон в Пат. 2066464 РФ не описано.

Известен сцинтилляционный датчик для детектора гамма-излучения в виде волоконного световода из йодида натрия по Пат. 4586785 США. Недостатком датчика из сцинтилляционного световода является его высокая гигроскопичность, низкая прочность и малая длина (несколько миллиметров). Он не пригоден для обнаружения ДМ и РВ в каналах, лабиринтах, щелях. Он также не пригоден для глубоководных измерений нейтрино.

Известен сцинтилляционный детектор для регистрации нейтрино (Прайс В. Регистрация ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.) по их реакции с водородом с образованием позитрона и нейтрона  $\nu + {}^1_1\text{H} \rightarrow {}^0_1\text{e} + {}^1_0\text{n}$ . Детектор был приготовлен в виде сосуда с 300 л жидкого сцинтиллятора с добавлением пропионата кадмия. Сосуд имел цилиндрическую форму и был окружен 90 фотоумножителями. Позитроны регистрировались непосредственно жидким сцинтиллятором. Нейтроны замедлялись до тепловых энергий, поглощались ядрами кадмия и регистрировались по реакции (п,  $\gamma$ ). Однако такой детектор содержит большое число фотоумножителей и очень дорог.

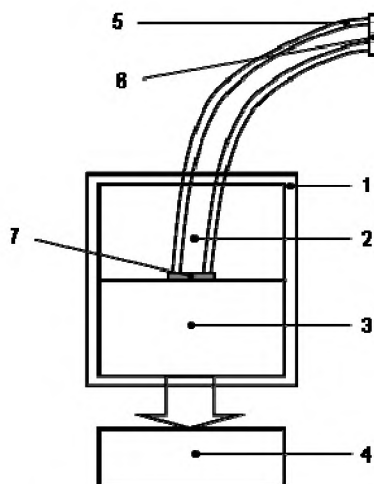
Известен сцинтилляционный детектор для регистрации надтепловых нейтронов (Прайс В. Регистрация ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.). В качестве датчика он содержит сцинтиллятор NaI:Tl, окруженный чехлом из серебра, ядра которого имеют большой резонансный пик для реакции (п,  $\gamma$ ). Однако такой детектор не пригоден для поиска и обнаружения нейтронных источников, расположенных в узких каналах, щелях, лабиринтах, не пригоден для глубоководных измерений нейтрино.

Наиболее близким к заявляемому является сцинтилляционный детектор (Пат. 2143711 РФ), который содержит датчик и блок электронной обработки сигналов. Датчик выполнен в виде трех различных объемных сцинтилляторов: (1) нейтронного сцинтиллятора, выполненного из чувствительного к быстрым нейтронам органического водородсодержащего вещества на основе пластмассы  $(\text{CH})_n$  или стильбена, (2) сцинтилляционного

кристалла NaI:Tl в стандартном контейнере, чувствительного к гамма-излучению, и (3) сцинтиллятора на основе  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла, активированного церием, чувствительного к тепловым нейтронам, а также фотоэлектронного умножителя, помещенных в единый корпус. Известное устройство обеспечивает регистрацию нейтронов и гамма-квантов в обычных лабораторных и полевых условиях. Однако известное устройство (Пат. 2143711 РФ) из-за своих больших габаритов не пригодно для поиска и обнаружения ДМ и РВ в узких щелях, лабиринтах, изогнутых трубах, оно также не пригодно для глубоководной регистрации нейтрино.

Заявляемое устройство содержит в корпусе 1 датчик из комбинированного сцинтиллятора 2 с фотоэлектронным умножителем 3 и блок электронной обработки сигналов 4. Комбинированный сцинтиллятор датчика 2 выполнен в виде сцинтилляционного волоконно-оптического кабеля, состоящего из чехла-оболочки 5 и витой пары (или набора нескольких витых пар) из длинных (от 30–100 см до 10–100 м и более) волоконно-оптических нитеподобных сцинтилляторов-световодов: один из них, неорганический сцинтиллятор, изготовлен из галогенидов серебра ( $\text{AgCl}$ – $\text{AgBr}$ ) с активными добавками, другой, органический сцинтиллятор, изготовлен из пластика ( $\text{CH}_2$ ). Один конец каждой витой пары сцинтилляционного кабеля (выносной конец) снабжен отражателем света 6, другой конец – имеет оптический контакт 7 с фотоэлектронным умножителем 3 (ФЭУ). ФЭУ 3 и контактные концы 7 сцинтилляционного кабеля 2 помещены в единый корпус 1, непрозрачный при наземных измерениях, при этом выносной конец каждого сцинтилляционного кабеля (из витой пары или набора витых пар) вынесен за пределы корпуса 1 и снабжен гибким тросом и штангой-держателем. Комбинированный сцинтиллятор для глубоководных измерений состоит из нескольких (до 10–20 и более) сцинтилляционных кабелей с прозрачными чехлами и имеет вид радиально-лучистой или сетчатой системы, образующей распределенную в водном пространстве (объеме) своеобразную «оптическую антенну» (фиг. 1).

Устройство работает следующим образом: гамма-излучение, попадая в оба сцинтиллятора датчика, вызывает появление в них световых вспышек, которые, вызывают в ФЭУ появление электрических импульсов, число которых подсчитывается в блоке электронной обработки сигналов.



Фиг. 1. Сцинтилляционный детектор

Сцинтилляционные волоконно-оптические световоды, образующие витую пару сцинтилляционного кабеля, имеют различные максимумы свечения ( $\lambda_m$ ) и длительности сцинтилляций ( $\tau$ ): для галогенидов серебра  $\lambda_m = 400$  нм,  $\tau = 20$  нс; для пластика  $\lambda_m = 410\text{--}530$  нм,  $\tau = 3\text{--}8$  нс (длина волны и длительность сцинтилляций зависит от типа пластика). Поскольку сцинтиллятор из галогенидов серебра имеет в несколько раз более высокую плотность ( $6,4$  г/см<sup>3</sup>) в сравнении с плотностью пластика и в 6–7 раз более высокий эффективный атомный номер, чем у пластика, поэтому гамма-кванты регистрируются в основном неорганическим сцинтиллятором на основе AgCl–AgBr. Предлагаемое устройство регистрирует как быстрые, так и медленные нейтроны следующим образом. Быстрые нейтроны регистрируются пластиком, создавая в нем протоны отдачи, которые вызывают в пластиковом световоде сцинтилляции – световые вспышки с последующей регистрацией с помощью ФЭУ. Нейтроны, проходя через пластик и чехол, теряют свою энергию, замедляются, переходят в разряд тепловых и эффективно взаимодействуют с ядрами серебра, вступая в реакцию ( $n, \gamma$ ),

поскольку серебро имеет большой резонансный пик для реакции  $(n, \gamma)$ . Так для  $^{109}\text{Ag}$ , например, резонансные интегралы равны 1377,2 и 1450 барн (Машикович В. П. Защита от ионизирующих излучений / В. П. Машикович, Л. В. Кудрявцева. М.: Энергоатомиздат, 1995. 494 с.) при сечении взаимодействия  $\sigma = 86,3$  барн. Эффективность регистрации тепловых нейтронов повышается при введении в качестве активирующей добавки европия (для естественной смеси изотопов европия  $\sigma = 4600$  барн). В результате реакции  $(n, \gamma)$  образуются гамма-кванты, которые вызывают сцинтилляции в световоде из галогенидов серебра и в световоде из пластика (но с гораздо меньшей вероятностью), гамма-сцинтилляции регистрируются ФЭУ и далее блоком электронной обработки сигналов.

Для предлагаемого сцинтилляционного детектора характерна повышенная чувствительность к нейтрину из-за больших возможных объемов контроля при глубоководных измерениях в экспериментах типа «DUMAND» и подобных им, использующих реакцию  $\nu + {}^1_1\text{H} \rightarrow$  (позитрон + нейтрон), поскольку предлагаемый детектор обеспечивает регистрацию и нейтрона, и позитрона с помощью датчика, выполненного в виде радиально-лучистой или сетчатой системы из сцинтилляционного кабеля, своеобразной «оптической антенны» при одновременной классической регистрации продуктов реакции (позитрона) по его черенковскому излучению непосредственно фотокатодом ФЭУ с полусферическим окном. В экспериментах с IBM детектором в США и в экспериментах «DUMAND» на Байкале используют до 5 тысяч таких фотоумножителей, а в экспериментах в Канаде – до 10 тысяч. Использование таких фотоумножителей в сочетании с системами оптических антенн повышает эффективность регистрации нейтрино.

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтилляционного детектора является возможность точного определения местоположения источника РВ при придании выносному концу сцинтилляционного кабеля-щупа кольцевой формы (радиус порядка 10 см), поддерживаемой штангой-держателем. При накрывании источника РВ кольцом из сцинтилляционного кабеля скорость счета в блоке обработки сигналов будет максимальной. В этом случае работа устройства напоминает работу миноискателя, с тем отличием, что кольцо-детектор обнаруживает источник РВ.

### Формула изобретения

1. *Сцинтилляционный детектор* нейтронного и гамма-излучения, содержащий датчик из комбинированного сцинтиллятора, в состав которого входит сцинтиллятор из водородсодержащего вещества на основе пластмассы (СН)<sub>n</sub>, сцинтиллятор на основе неорганического вещества, фотоэлектронный умножитель и блок электронной обработки сигналов, *отличающийся тем, что* комбинированный сцинтиллятор датчика выполнен в виде сцинтилляционного волоконно-оптического кабеля, состоящего из чехла-оболочки и витой пары или набора нескольких витых пар из длинных волоконно-оптических нитеподобных сцинтилляторов-световодов, при этом неорганический сцинтиллятор, изготовленный из галогенидов серебра (AgCl–AgBr) с активирующими добавками, чувствителен к гамма-излучению и замедленным нейтронам, а органический сцинтиллятор-пластик чувствителен к быстрым нейтронам, причем выносной конец сцинтилляционного кабеля каждой витой пары сцинтилляторов-световодов снабжен отражателем света, а другой контактный конец сцинтилляционного кабеля оптически соединен с фотоэлектронным умножителем.

2. *Сцинтилляционный детектор* по п. 1, *отличающийся тем, что* фотоэлектронный умножитель и контактные концы сцинтиллятора помещены в единый корпус, непрозрачный при наземных измерениях нейтронов и гамма-излучения и прозрачный при глубоководных измерениях нейтрино.

3. *Сцинтилляционный детектор* по п. 1, *отличающийся тем, что* датчик сцинтилляционного детектора для наземных измерений выполнен в виде гибкого длинного одиночного сцинтилляционного кабеля-щупа из одной или нескольких витых пар с непрозрачным чехлом-оболочкой и снабжен дополнительно гибким тросом и штангой-держателем.

4. *Сцинтилляционный детектор* по п. 1, *отличающийся тем, что* датчик сцинтилляционного детектора для глубоководных измерений нейтрино состоит из набора сцинтилляционных кабелей с прозрачными чехлами и выполнен в виде радиально-лучистой или сетевой системы, образующей распределенную в водном пространстве (объеме) «оптическую антенну».

**Патент 2242025 РФ**  
**СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ**  
**РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

Код(ы) МПК

G01T 1/20 G01N 15/08

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2242025 РФ. Сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения / *Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов, В. Л. Петров, Т. С. Королева, М. М. Кидибаев*. Заявл. 11.09.2003; опубл. 10.12.2004. Бюл. № 34.

### **Реферат**

Предложен сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения с высоким (микронным) пространственным разрешением, повышенным световыходом сцинтилляций, малым временем ( $\sim$  нс) высвечивания сцинтилляций и красным диапазоном ( $\sim$  600–720 нм) свечения, способный работать в режиме реального времени и предназначенный для визуализации рентгеновского излучения в томографии, микротомографии, радиографии, в системах таможенного контроля и в системах неразрушающего контроля промышленных изделий. Предложенный сцинтиллятор способен также визуализировать потоки электронного излучения.

Суть изобретения заключается в том, что кристаллы фторида лития или натрия содержат два приповерхностных сцинтилляционных слоя, выполненных в виде дискретных сцинтилляционных ячеек с размерами от 6 мкм и выше и расположенных в параллельных плоскостях со смещением друг относительно друга так, чтобы сцинтилляционные ячейки одного слоя перекрывали несцинтиллирующие промежутки между ячейками другого слоя. Подобная конструкция обеспечивает высокое пространственное разрешение при высоком световыходе сцинтилляций.

### **Описание изобретения**

Изобретение относится к области датчиков ионизирующих излучений с высоким пространственным разрешением, чувствительных к пучкам рентгеновского и электронного излучений и применяемых для их визуализации в томографии, микротомографии, радиографии, в системах таможен-



ного контроля, в системах неразрушающего контроля промышленных изделий, а также при телемеханическом мониторинге промышленных изделий и технологий.

Известен люминофор-сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения (Digital radiography using an EBCCD-based imaging device / *M. Rossi* [et al.] // *Appl. Radiation and Isotopes* 2000. Vol. 53. P. 699–709.) на основе запоминающих фосфоров  $\text{BaFBr:Eu}$ , создающих скрытое изображение. Однако визуализация скрытого изображения на известном люминофоре-сцинтилляторе происходит только при дополнительной оптической стимуляции, например,  $\text{He-Ne}$  лазером, т. е. такой люминофор-сцинтиллятор не позволяет работать в режиме реального времени. Кроме того, он имеет недостаточно высокое пространственное разрешение на уровне нескольких сотен микрон.

Известен сцинтиллятор на основе кристаллов  $\text{NaI:Tl}$ , работающий в сочетании с фотоэлектронными умножителями (*Hell E. The evolution of scintillating medical detectors* / *E. Hell, W. Knüpfer, D. Mattern* // *Nucl. Instr. and Meth.* 2000. Vol. A454. P. 40–48). Однако известный сцинтиллятор не обеспечивает высокого пространственного разрешения, поскольку является сплошным, вследствие чего в нем происходит изотропное рассеяние сцинтилляций и изображение размывается. Кроме того, спектр излучения  $\text{NaI:Tl}$  (410 нм) плохо согласуется со спектральной чувствительностью PIN-фотодиодов (420–800 нм).

Известен сцинтилляционный экран на основе полистироновых сцинтиллирующих волокон (Reflection losses in polystyrene fibers / *C. D'Ambrosio* [et al.] // *NIM.* 1991. Vol. A306. P. 549), работающих в сочетании с мультисекторными (многоканальными) фотоэлектронными умножителями (*Группен К. Детекторы элементарных частиц: справочное издание* / *К. Группен*; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с). Такой сцинтилляционный экран имеет пространственное разрешение на уровне 20–60 мкм, однако из-за низкого эффективного атомного номера ( $Z_{\text{эф}} \leq 6$ ) он обладает очень низкой чувствительностью к рентгеновскому излучению и неэффективен для его визуализации. Кроме того, сцинтилляторы из органических материалов обладают очень низкой термической и радиационной стойкостью.

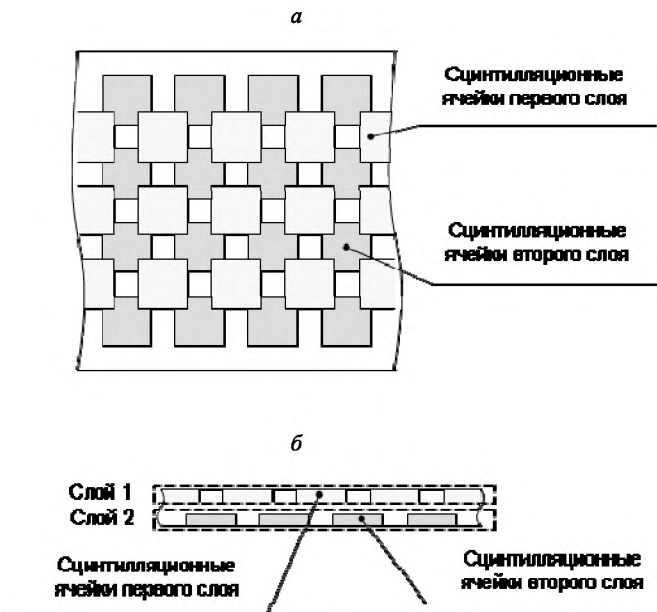
Известны сцинтиллирующие среды на основе гамма-облученных пленок фторидов  $\text{LiF}$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{BaF}_2$  или  $\text{CaF}_2$  (или их комбинаций), полученных методом термовакuumного напыления фторидов металлов после гамма-облучения этих пленок заданной дозой, обычно 7 кКл/кг (Спектрально-люминесцентные свойства гамма-облученных кристаллов и пленок на основе фторидов / *А. П. Войтович* [и др.] // Журн. прикл. спектр. 2003. Т. 70, № 1. С. 116–123). Недостатком известных сцинтилляционных сред является их невысокое пространственное разрешение, что связано с тем, что центры окраски в пленочных или кристаллических фторидах распределены равномерно по всей зоне облучения. Поскольку пленки при малой толщине обладают еще и волноводными свойствами, то при попадании пучка излучения в какую-либо точку пленки ее сплошная светящаяся поверхность создает сильный фон, ухудшающий пространственное разрешение.

Известен сцинтиллятор на основе кристаллов  $\text{NaF}$ , облученных синхротронным излучением, в результате чего в них наводятся  $\text{F}_2$ -центры окраски, которые являются центрами свечения красного диапазона (*Иванов В. Ю.* Быстрая люминесценция кристаллов на основе  $\text{NaF}$  / *В. Ю. Иванов, Б. В. Шульгин, Т. С. Королева* // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 1999. Вып. 2. С. 100–102). Максимум полосы свечения  $\text{F}_2$ -центров окраски в  $\text{NaF}$  приходится на область 650–675 нм, что хорошо согласуется со спектральной чувствительностью не только фотоэлектронных умножителей, но и PIN-фотодиодов. Длительность сцинтилляций известного сцинтиллятора на основе  $\text{NaF}$  с центрами окраски равна 8 нс при возбуждении импульсами синхротронного излучения длительностью 430 пс. Однако известный сцинтиллятор на основе  $\text{NaF}$  является сплошным: сцинтилляционный слой занимает всю поверхность облученного кристалла и поэтому обладает невысокой пространственной разрешающей способностью, соответствующей миллиметровому диапазону.

Наиболее близким к заявляемому сцинтиллятору является тонкослойный сцинтиллятор на основе кристаллов  $(\text{Li},\text{Na})\text{F}:\text{U},\text{Me}$  с центрами окраски (Эволюция агрегатных центров свечения кристаллов  $(\text{Li},\text{Na})\text{F}$  под действием радиации / *А. Н. Черепанов* [и др.] // Проблемы спектроско-

пии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ–УПИ, 2003. Вып. 12. С. 27–38). Такой сцинтиллятор в приповерхностном слое содержит агрегатные центры окраски типа  $F_2$ ,  $F_2^+$ ,  $F_3^+$  и  $F_2^-$ , являющиеся эффективными центрами свечения, и обладает основным максимумом свечения при 650 нм. Однако известный тонкослойный сцинтиллятор не может обеспечить высокого пространственного разрешения из-за того, что имеет сплошной сцинтилляционный слой.

Предлагаемый сцинтиллятор состоит из двух приповерхностных сцинтилляционных слоев, каждый из которых представляет собой сцинтиллятор на основе кристаллов  $(Li,Na)F$  в виде дискретных ячеек с размерами от 6 мкм до 200 мкм и выше (фиг. 1).



Фиг. 1. Фрагмент сцинтиллятора: *а* – вид сверху; *б* – вид сбоку

Дискретная структура слоя обеспечивает высокое пространственное разрешение, что связано с тем, что свечение одной из сцинтилляционных

ячеек практически не возбуждает свечение соседних. Однако из-за дискретности структуры каждого слоя лишь часть его поверхности может участвовать в свечении, что понижает световыход сцинтилляций дискретного слоя в сравнении со сплошным слоем. Для повышения суммарного световыхода устройства слои располагаются в параллельных плоскостях таким образом, чтобы ячейки второго слоя максимально перекрывали несцинтиллирующие промежутки первого слоя при рассмотрении в направлении, перпендикулярном этим плоскостям (см. фиг. 1). Таким образом, достигается повышенная сплошность дискретного по сути покрытия поверхности сцинтилляционными центрами, что сравнивает световыход предлагаемого сцинтиллятора со световыходом сплошных сцинтилляторов. Пространственное разрешение предлагаемого сцинтиллятора составляет единицы-сотни микрон. Визуализация рентгеновского излучения происходит благодаря свечению агрегатных центров окраски типа  $F_2$ ,  $F_2^+$ ,  $F_3^+$  и  $F_2^-$  с основным максимумом свечения в диапазоне 650 нм, что позволяет применять для считывания изображения PIN-фотодиоды. Длительность сцинтилляций не превышает 8 нс, что обеспечивает работу сцинтиллятора в режиме реального времени. Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтиллятора является возможность визуализации не только рентгеновского, но и электронного излучения.

### **Формула изобретения**

*Сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения на базе кристаллов (Li,Na)F, содержащий приповерхностный сцинтилляционный слой с центрами окраски, отличающийся тем, что сцинтиллятор дополнительно содержит второй приповерхностный сцинтилляционный слой, причем оба этих слоя выполнены в виде дискретных сцинтилляционных ячеек размерами от 6 мкм и выше и расположены в параллельных плоскостях со смещением друг относительно друга так, чтобы сцинтилляционные ячейки одного слоя перекрывали несцинтиллирующие промежутки между ячейками другого слоя.*

## Патент 2243573 РФ СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ ЭКРАНОВ ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Код(ы) МПК

G01T 1/20 G01N 15/08 B01D 65/10

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2243573 РФ. Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения / Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов, Ф. Г. Нешов, Ю. А. Ушаков, Т. С. Королева, М. М. Кидибеев. Заявл. 23.06.2003; опубл. 27.12.2004. Бюл. № 36.

### Реферат

Предложен способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения с высоким (микронным) пространственным разрешением, малым временем ( $\sim$  нс) высвечивания сцинтилляций и красным диапазоном ( $\sim$  600–720 нм) свечения, способных работать в режиме реального времени и предназначенных для визуализации рентгеновского излучения в устройствах томографии, микротомографии, радиологии высокого разрешения, в системах неразрушающего контроля промышленных изделий, в системах таможенного контроля, для телемедицинских приложений, телемеханического мониторинга промышленных технологий и в системах предпроцессорной визуализации излучений, передающих информацию специалистам через Интернет для последующей полной обработки. Получаемые предложенным способом сцинтилляционные экраны способны также визуализировать потоки электронного излучения.

Суть изобретения заключается в том, что кристаллы фторида лития или фторида натрия подвергаются облучению сканирующим пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ при токе пучка от 100 до 300 нА и флюенсе пучка от  $1 \cdot 10^{18}$  до  $2 \cdot 10^{19}$  м<sup>-2</sup> через плотно прилегающую к кристаллам радиационно-стойкую маску в виде металлической сетки с размером ячеек от 6–10 мкм и выше. Размер экранов – от  $2 \times 2$  см<sup>2</sup> до  $30 \times 30$  см<sup>2</sup> – определяется длиной сканирования. Может быть создан ансамбль экранов из отдельных экранов путем их склеивания в единую плоскую или круговую конструкцию нужной конфигурации для увеличения общего размера экрана.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области создания датчиков ионизирующих излучений в виде сцинтилляционных экранов высокого пространственного разрешения, чувствительных к пучкам рентгеновского и электронного излучения и применяемых для визуализации в томографии, микротомографии, радиографии высокого разрешения, в системах неразрушающего контроля промышленных изделий, в системах таможенного контроля, для телемедицинских приложений, телемеханического мониторинга промышленных технологий и в системах предпроцессорной визуализации излучений, передающих информацию специалистам через Интернет для последующей полной обработки.

Известен способ изготовления экранов для визуализации рентгеновского излучения (*Zscherpel U. Film digitization system for DIR: standards Requirement, archiving and printing / U. Zscherpel // Jour. of Non-Destructive Evaluation. 2000. Vol. 20. P. 53–50.*). Данный способ связан с получением рентгеновских пленок, которые обеспечивают визуализацию рентгеновского излучения, благодаря образующимся под действием излучения коллоидальным частицам серебра, формирующим вначале скрытое изображение, а после специальной обработки – видимое (потемнение пленки). Однако этот способ не позволяет получать люминесцентные сцинтилляционные экраны, работающие в режиме реального времени (online), с пространственным разрешением в микронном диапазоне.

Известен способ изготовления люминесцентных экранов для визуализации рентгеновского излучения (*Digital radiography using an EBCCD-based imaging device / M. Rossi [et al.] // Appl. Radiation and Isotopes 2000. Vol. 53. P. 699–709*). Этот способ связан с изготовлением экранов на основе запоминающих фосфоров BaFBr:Eu, создающих скрытое изображение. Однако детектор, полученный по известному способу, позволяет визуализировать скрытое изображение на экране из BaFBr:Eu только при дополнительной оптической стимуляции, например, He-Ne лазером, т. е. такой детектор не работает в режиме реального времени. Кроме того, такой экран имеет пространственное разрешение на уровне нескольких сотен микрон и применение совместно с ним пиксельной системы считывания микронного разрешения (десятки микрометров и меньше) нецелесообразно.

Известен способ изготовления сцинтилляционных экранов на основе кристаллов NaI:Tl, работающих в сочетании с фотоэлектронными умножителями (*Hell E. The evolution of scintillating medical detectors / E. Hell, W. Knüpfner, D. Mattern // Nucl. Instr. and Meth. 2000. Vol. A454. P. 40–48.*). Однако известный способ получения экранов не обеспечивает их высокого пространственного разрешения, поскольку экраны получаются сплошными, вследствие чего происходит изотропное рассеяние сцинтилляций внутри экрана и изображение размывается. Получаемые таким способом экраны имеют разрешение на уровне нескольких сотен микрон, поэтому применение совместно с ними пиксельной системы считывания высокого разрешения (десятки микрометров и меньше) нецелесообразно, тем более что спектр излучения NaI:Tl (410 нм) плохо согласуется со спектральной чувствительностью PIN-фотодиодов (420–800 нм). Кроме того, известный способ не позволяет получить сцинтилляционные экраны с повышенной загрузочной способностью, поскольку экран из NaI:Tl имеет большую длительность сцинтилляций – 250 нс.

Известен способ изготовления сцинтилляционных экранов на основе полистироновых сцинтиллирующих волокон (*Reflection losses in polystyrene fibers / C. D'Ambrosio [et al.] // NIM. 1991. Vol. A306. P. 549*), работающих в сочетании с мультянодными (многоканальными) фотоэлектронными умножителями (*Группен К. Детекторы элементарных частиц: справочное издание / К. Группен; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.*). Такие экраны имеют пространственное разрешение на уровне от 20–30 до 60 мкм, однако из-за низкого эффективного атомного номера ( $Z_{эф} \leq 6$ ) обладают очень низкой чувствительностью к рентгеновскому излучению и неэффективны для его визуализации. Кроме того, экраны из органических материалов обладают очень низкой термической и радиационной стойкостью.

Известен способ изготовления сцинтилляционных экранов на основе гамма-облученных пленок фторидов LiF, MgF<sub>2</sub>, BaF<sub>2</sub> или CaF<sub>2</sub> (или их комбинаций), заключающийся в термовакуумном напылении пленок фторидов металлов после гамма-облучения заданной дозой, обычно 7 кКл/кг (Спектрально-люминесцентные свойства гамма-облученных кристаллов и пленок на основе фторидов / *А. П. Войтович [и др.] // Журн. прикл. спектр.*

2003. Т. 70, № 1. С. 116–123). Облучение приводит к созданию в кристаллах  $F_2^-$  и  $F_3^{+}$ -центров окраски, ответственных за люминесценцию с максимумами в области 675 нм (свечение  $F_2^-$ -центров) и 543 нм (свечение  $F_3^{+}$ -центров). Однако получаемые по известному методу экраны требуют большого времени облучения (несколько часов), т. е. известный метод не является экспрессным. Недостатком известного метода является также то, что центры окраски (они всегда имеют наноструктурные размеры) в пленочных или кристаллических фторидах возникают равномерно по всей зоне облучения. Из-за изотропного распределения центров свечения и фотонов сцинтилляционных вспышек пространственное разрешение экранов, получаемых таким способом (несмотря на малость размеров самих центров окраски), относится к миллиметровому диапазону. Поскольку пленки экрана при малой толщине обладают еще и волноводными свойствами, то при попадании пучка излучения в какую-либо точку экрана сплошная светящаяся поверхность экрана создает сильный фон, ухудшающий пространственное разрешение.

Известен способ получения быстрых сцинтилляционных экранов на основе кристаллов NaF (*Иванов В. Ю.* Быстрая люминесценция кристаллов на основе NaF / *В. Ю. Иванов, Б. В. Шульгин, Т. С. Королева* // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 1999. Вып. 2. С. 100–102). Способ заключается в том, что кристаллы NaF облучают синхротронным излучением, в результате чего в них наводятся  $F_2^-$ -центры окраски, которые являются центрами свечения красного диапазона. Максимум полосы свечения  $F_2^-$ -центров окраски в NaF приходится на область 650–675 нм, что хорошо согласуется со спектральной чувствительностью не только фотоэлектронных фотомножителей, но и PIN-фотодиодов. Длительность сцинтилляций получаемых по известному способу экранов равна 8 нс при возбуждении импульсами синхротронного излучения длительностью 430 пс. Однако получаемые по известному способу сцинтилляционные экраны являются сплошными, они занимают всю поверхность облученного кристалла и поэтому обладают невысоким пространственным разрешением.

Наиболее близким к заявляемому является способ изготовления сцинтилляционных экранов на основе кристаллов LiF или NaF с центрами



окраски (Эволюция агрегатных центров свечения кристаллов (Li,Na)F под действием радиации / *А. Н. Черепанов* [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2003. Вып. 12. С. 27–38). Способ заключается в облучении кристаллов LiF:U,Me или NaF:U,Me, активированных ионами урана, скандия, стронция или меди, циклотронным пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ при токе пучка от 1500 до 6500 нА. В результате облучения в приповерхностном слое кристаллов LiF:U,Me или NaF:U,Me наводятся агрегатные центры окраски типа  $\text{F}_2$ ,  $\text{F}_2^+$ ,  $\text{F}_3^+$  и  $\text{F}_2^-$ , являющиеся эффективными центрами свечения, т. е. формируется сцинтилляционный слой на центрах окраски с основными максимумами свечения в диапазоне от 500 до 720 нм в LiF и от 400 до 700 нм в NaF (позиция максимума свечения зависит от тока пучка). Однако сцинтилляционные экраны, получаемые по известному способу (при токах пучка ионов  $\text{He}^+$  1500 и 6500 нА) обладают плохой стабильностью, наблюдается распад и частичный отжиг агрегатных центров свечения из-за передозировки и разогрева образцов (до 450 К) вследствие большой плотности тока и создаваемых им больших флюенсов до  $10^{21} \text{ м}^{-2}$ . Основным недостатком экранов, получаемых по известному способу, является их сплошность, что не обеспечивает высокого пространственного разрешения: оно остается на уровне от десятых долей миллиметра до миллиметров. Недостатком известного способа являются также дополнительные расходы, связанные с активацией кристаллов ионами урана, скандия, стронция или меди.

В предлагаемом способе изготовления сцинтилляционных экранов на центрах окраски в кристаллах LiF или NaF с использованием циклотронных пучков ионов  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ облучение кристаллов ведут через радиационно-стойкую маску в виде металлической сетки (танталовой, титановой или латунной) с заданными микронными размерами ячеек (от 6–10 мкм и выше, если требуются экраны с субмиллиметровым разрешением) при токе пучка от 100 до 300 нА и флюенсе пучка от  $1 \cdot 10^{18}$  до  $2 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2}$ . Облученные участки кристаллов LiF или NaF в виде регулярных ячеек (чипов) имеют повышенное содержание агрегатных центров окраски, являющихся центрами свечения и играют роль микросцинтилляционных сенсоров, обеспечивающих визуализацию рентгеновского излучения

с высоким пространственным разрешением вплоть до уровня нескольких микрон в соответствии с шагом металлической радиационно-стойкой сетки.

Размер сцинтилляционных экранов, получаемых по предлагаемому способу, ограничен размерами камеры облучения. Однако общий размер сцинтилляционных экранов, получаемых по предлагаемому способу, может быть многократно увеличен до требуемого размера, если их составлять из нескольких первичных базовых экранов, склеенных вместе. Поскольку как кристаллы LiF, так и NaF имеют кубическую структуру каменной соли, они обладают идеальным сколом и легко склеиваются в большие ансамбли. Например, если размеры камеры облучения позволяют создавать экраны размером  $3 \times 3 \text{ см}^2$ , а требуется сцинтилляционный экран размером  $30 \times 30 \text{ см}^2$ , то для его получения достаточно создать 100 экранов  $3 \times 3 \text{ см}^2$  на базе цельных кристаллов LiF или NaF и склеить их в единую планарную и круговую конструкцию. В предлагаемом способе облучение кристаллов LiF и NaF ведут сканирующим пучком ионов He с длиной сканирования, определяемой размерами камеры облучения. Длина сканирования может быть от нескольких сантиметров до 20–30 десятков сантиметров.

Преимуществами предлагаемого способа изготовления сцинтилляционных экранов является:

- малая длительность сцинтилляций (единицы наносекунд), обеспечивающая большую загрузочную способность тракта регистрации, что необходимо в промышленных системах неразрушающего контроля крупногабаритных ответственных изделий и узлов автомобильной, авиационной и атомной промышленности;
- красный диапазон ( $\sim 600\text{--}720 \text{ нм}$ ) свечения ячеек экрана с высоким пространственным разрешением (до единиц–десятков микрометров), обеспечивающим эффективную регистрацию сигналов с экрана с помощью оптической системы пикселей;
- возможность формирования плоских ансамблей экранов из отдельных блоков, возможность формирования круговых рентгеновских камер.

Дополнительным преимуществом предлагаемого способа получения сцинтилляционных экранов является возможность создания экранов для визуализации не только рентгеновского, но и электронного излучения.

*Пример 1.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

Экран изготавливают на основе кристалла LiF. Размер кристалла  $3,5 \times 3,5 \text{ см}^2$ , толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере циклотрона (например, циклотрона У-120 УГТУ–УПИ) пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ при токе пучка 300 нА до флюенса  $2 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2}$ . Длина сканирования – до 4 см. Размер поля облучения – поля экрана –  $3,5 \times 3,5 \text{ см}^2$ . Облучение кристаллов проведено через танталовую сетку  $5 \times 5 \text{ см}^2$ , имеющую шаг 35 мкм. Фрагмент сцинтилляционного экрана приведен на фиг. 1. Его размеры  $475 \times 358 \text{ мкм}^2$ . Снимок сделан с помощью анализатора изображений SIAMS 600 и приведен после цифровой обработки. Фрагмент экрана состоит из регулярного набора сцинтилляционных ячеек-чипов, расположенных на глубине 4 мкм. Сцинтилляционный чип представляет собой квадрат со стороной 26,25 мкм, разделительная полоса имеет размер 8,75 мкм, период расположения чипов – 35 мкм (как шаг сетки-маски). Экран готов к визуализации рентгеновского излучения. Фрагмент экрана (фиг. 1) содержит  $15 \times 12$  чипов<sup>2</sup>, весь экран с полем  $3,5 \times 3,5 \text{ см}^2$  содержит примерно  $1000 \times 1000$  чипов<sup>2</sup>. Под действием рентгеновского излучения чипы сцинтиллируют независимо друг от друга, что обеспечивает пространственное разрешение 28,6 чипов/мм. Светят центры окраски в широком диапазоне спектра (фиг. 2) от 400 до 760 нм. Основная светосумма высвечивается агрегатными центрами окраски  $F_2$  и  $F_3^+$ -типа в области 540–640 нм и центрами  $F_2^-$  в области 720–740 нм. Длительность сцинтилляций – 6–8 нс, что обеспечивает высокую загрузочную способность тракта регистрации. Образовавшиеся после быстрой (10–100 нс) первичной эволюции (от простых F-центров к сложным) центры окраски устойчивы. Наведенная излучением окраска сохраняется в течение нескольких лет.

*Пример 2.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

Экран изготавливают на основе кристалла NaF. Размер кристалла  $3,5 \times 3,5 \text{ см}^2$ , толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере циклотрона У-120 УГТУ–УПИ пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 4,6 МэВ при токе пучка 100 нА до флюенса  $1 \cdot 10^{18} \text{ м}^{-2}$  через танталовую сетку с шагом 35 мкм. Длина сканирования до 4 см. Размер поля облучения – поля экрана –

3,5×3,5 см<sup>2</sup>. Сцинтилляционный экран имеет примерно такой же вид, как на фиг. 1. Спектральные параметры излучения экрана при рентгеновском возбуждении следующие: максимум свечения – 650–670 нм, длительность сцинтилляций – 8 нс. Интенсивность свечения на 20 % ниже, чем в примере 1. Способ обеспечивает высокое пространственное разрешение сцинтилляционных экранов, порядка 35 мкм или 28,6 чипов/мм, определяемого размерами ячеек сетки. Экран содержит ~ 1000×1000 чипов.

*Пример 3.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

Экран изготавливают на основе кристалла NaF. Размер кристалла 3,5×3,5 см<sup>2</sup>, толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере циклотрона У-120 УГТУ–УПИ пучком ионов He<sup>+</sup> с энергией 1,3 МэВ при токе пучка 200 нА до флюенса  $1 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2}$  через танталовую сетку с шагом 35 мкм. Длина сканирования – до 4 см. Размер поля облучения – поля экрана – 3,5×3,5 см<sup>2</sup>. Сцинтилляционный экран имеет вид, похожий на тот, который приведен на фиг. 1. Спектральные параметры излучения экрана при рентгеновском возбуждении следующие: максимум свечения – 650–670 нм, длительность сцинтилляций – 8 нс. Интенсивность свечения на 10 % ниже, чем в примере 1. Способ обеспечивает высокое пространственное разрешение сцинтилляционных экранов, порядка 35 мкм, определяемое размерами ячеек сетки. Экран содержит ~ 1000×1000 чипов.

*Пример 4.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

Экран изготавливают на основе кристалла NaF. Размер кристалла 3,5×3,5 см<sup>2</sup>, толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере циклотрона У-120 УГТУ–УПИ пучком ионов He<sup>+</sup> с энергией 6 МэВ при токе пучка 1500 нА до флюенса  $1 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2}$  через танталовую сетку с шагом 35 мкм. Длина сканирования – до 4 см. Размер поля облучения – поля экрана – 3,5×3,5 см<sup>2</sup>. Качество экрана невысокое. Разделительные линии несколько размываются, что снижает пространственное разрешение. Спектральные параметры излучения экрана отличаются от параметров из примера 1, поскольку структура центров окраски при больших токах облучения иная, возрастает интенсивность синего компонента, менее устойчивого

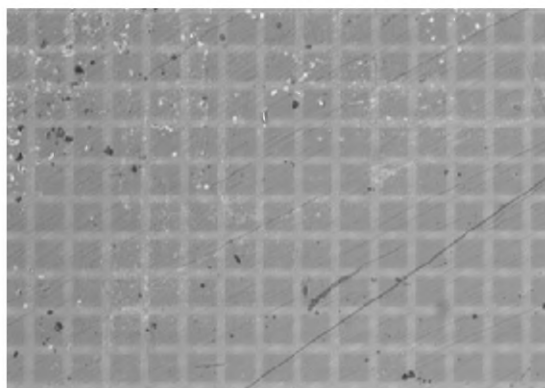
по своей природе. Из-за большого тока, вызывающего накопление заряда на поверхности, пересечение треков и разогрев кристалла, происходит отжиг центров окраски и снижение выхода в 2–3 раза по сравнению с примером 1. Недостатком режима облучения с энергией выше 5 МэВ является наведенная активность на ядрах лития и фтора, при этом экраны перестают удовлетворять требованиям радиационной безопасности.

*Пример 5.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

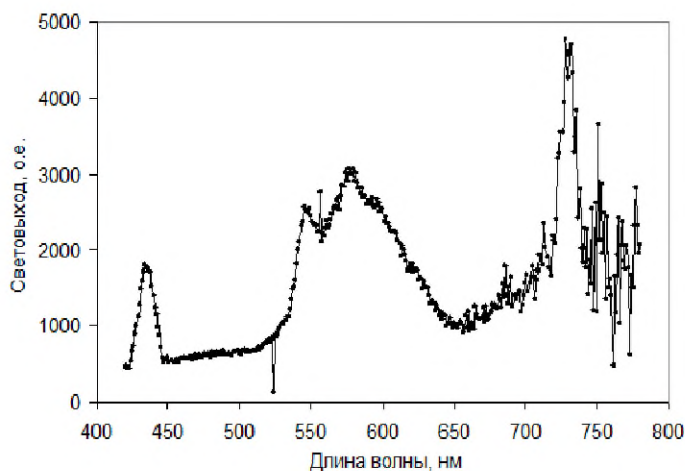
Экран изготавливают на основе кристалла NaF. Размер кристалла  $3,5 \times 3,5 \text{ см}^2$ , толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере циклотрона У-120 УГТУ–УПИ пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ при токе пучка 6000 нА до флюенса  $1 \cdot 10^{18} \text{ м}^{-2}$  через танталовую сетку с шагом 35 мкм. Длина сканирования – до 4 см. Размер поля облучения – поля экрана –  $3,5 \times 3,5 \text{ см}^2$ . Сцинтилляционный экран содержит систему чипов с размытыми краями, что снижает пространственное разрешение экрана. Спектральные параметры излучения экрана близки к параметрам из примера 1, однако из-за большого тока, вызывающего разогрев кристалла, происходит радиационный и термический отжиг центров окраски, изменение их состава и снижение выхода люминесценции в 3–5 раз по сравнению с примером 1.

*Пример 6.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

Экран изготавливают на основе кристалла NaF. Размер кристалла  $2 \times 2 \text{ см}^2$ , толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 0,5 МэВ при токе пучка 50 нА до флюенса  $1 \cdot 10^{17} \text{ м}^{-2}$  через танталовую сетку с шагом 35 мкм. Длина сканирования – до 4 см. Размер поля облучения – поля экрана –  $2 \times 2 \text{ см}^2$ . Сцинтилляционный экран не имеет четкой картины чипов. Пространственное разрешение резко снижается. Спектральные параметры излучения экрана близки к параметрам из примера 1, однако экран имеет слабый световыход из-за малого содержания агрегатных центров окраски. Качество экрана вследствие малой глубины проникновения ионов  $\text{He}^+$  с энергией 0,5 МэВ снижается из-за существенного влияния поверхности.



Фиг. 1. Фрагмент сцинтилляционного экрана (шаг сетки 35 мкм)



Фиг. 2. Спектр свечения сцинтилляционного экрана

*Пример 7.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

Экран изготавливают на основе кристалла NaF. Размер кристалла  $2 \times 2 \text{ см}^2$ , толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере цикло-

трона У-120 УГТУ–УПИ пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ при токе пучка 200 нА до флюенса  $1 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2}$  через латунную сетку толщиной 100 мкм с периодом ячеек – 250 мкм. Получают экран в виде набора сцинтилляционных ячеек в форме квадратов размером  $150 \times 150 \text{ мкм}^2$  и периодом – 250 мкм, что не обеспечивает пространственного разрешения на уровне десятков микрон.

*Пример 8.* Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения.

Экран изготавливают на основе кристалла NaF. Размер кристалла  $2 \times 2 \text{ см}^2$ , толщина – 3 мм. Облучение образцов проводят в камере циклотрона У-120 УГТУ–УПИ пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ при токе пучка 200 нА до флюенса  $1 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2}$  через железную (стальную) сетку толщиной 0,5 мм с диаметром ячеек – 1 мм. В этом случае экран имеет вид набора чипов с периодом их расположения – 1 мм, что не обеспечивает высокого пространственного разрешения.

#### **Формула изобретения**

1. *Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения на центрах окраски кристаллов LiF или NaF путем облучения кристаллов циклотронным пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ, отличающийся тем, что кристаллы облучают через плотно прилегающую к ним радиационно-стойкую маску в виде металлической сетки с размером ячеек от 6–10 мкм и выше при токе пучка от 100 до 300 нА и флюенсе пучка от  $1 \cdot 10^{18}$  до  $2 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-2}$ .*

2. *Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения по п. 1, отличающийся тем, что облучение кристаллов LiF и NaF проводят сканирующим пучком ионов  $\text{He}^+$ , с длиной сканирования до 30 см и более для изготовления экранов больших размеров.*

3. *Способ изготовления сцинтилляционных экранов для визуализации рентгеновского излучения по п. 1 или п. 2, отличающийся тем, что края экранов скалывают и склеивают в единую конструкцию для формирования плоских и круговых ансамблей нужной конфигурации и размеров.*

## Патент 2244320 РФ СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ НЕЙТРОНОВ

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 3/06

Библиографическая ссылка Пат. 2244320 РФ. Сцинтиллятор для регистрации нейтронов / Б. В. Шульгин, В. Л. Петров, Д. В. Райков, В. Ю. Иванов, А. Н. Черепанов, Т.С. Королева. Заявл. 30.06.2003; опубл. 10.01.2005. Бюл. № 1.

### Реферат

Предложен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов с высокой эффективностью, способный селективно регистрировать нейтроны на гамма-фоне, а также промежуточные и быстрые нейтроны и бета-излучение.

Суть изобретения заключается в том, что кристалл фторида кальция, активированный европием, содержит дополнительно изотоп гелия  $^3\text{He}$ ; все ингредиенты сцинтиллятора входят в него в определенном соотношении, ат. %:  $\text{CaF}_2$  – 99,25–99,59;  $\text{EuF}_3$  – 0,4–0,7;  $^3\text{He}$  – 0,01–0,05.

Регистрация тепловых нейтронов происходит за счет двух физических процессов: реакции ( $n, \alpha$ ) на ядрах  $\text{Eu}$  с сечением взаимодействия 4600 барн для естественной смеси изотопов европия; реакции ( $n, p$ ) на ядрах  $^3\text{He}$  с сечением взаимодействия 4000 барн. Предлагаемое в настоящем описании соотношение компонентов сцинтиллятора обеспечивает наилучшую эффективность регистрации тепловых нейтронов.

### Описание изобретения

Изобретение относится к сцинтилляционным материалам, предназначенным для регистрации тепловых нейтронов и пригодным для создания на их основе радиационных детекторов для радиоэкологического мониторинга территорий и акваторий, контроля космического и техногенного нейтронного фона, для создания комплексов технического контроля за первичным ядерным топливом и за изделиями из делящихся материалов.

Для обнаружения и измерения плотности потока тепловых нейтронов сцинтилляционным методом необходимы сцинтилляционные материа-



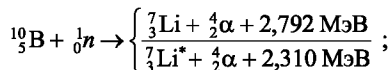
лы (вещества, в которых под действием тепловых нейтронов возникают световые вспышки – сцинтилляции), основными свойствами которых (веществ в целом или отдельных компонентов их состава) являются: повышенное сечение (вероятность) взаимодействия с тепловыми нейтронами; оптимальная длина волны излучения сцинтилляционной вспышки, согласующаяся со спектральной чувствительностью фотоприемника; высокий световыход сцинтилляций; небольшое, укладывающееся в нано-, микросекундный диапазон время высвечивания; а также достаточно широкий диапазон рабочих температур.

Известен неорганический сцинтиллятор на основе кристалла  ${}^6\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  (Пат. 2148837 РФ), пригодный для регистрации тепловых нейтронов. Он обладает сцинтилляциями с длиной волны 435–445 нм и длительностью 90 нс. Однако он нетехнологичен, поскольку проблема получения крупных однородных кристаллов  ${}^6\text{LiKSO}_4$  не решена, обладает невысоким световыходом сцинтилляций (30 % относительно световыхода кристаллов  $\text{LiI:Eu}$ ) и, главное, недостаточно высоким сечением взаимодействия с тепловыми нейтронами, равным 940 барн, по реакции  ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$ . Таким образом, сцинтиллятор  ${}^6\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  обладает невысокой эффективностью регистрации тепловых нейтронов. Все известные сцинтилляторы, в которых тепловые нейтроны регистрируются по реакции  ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$ , обладают недостаточно высокой эффективностью регистрации тепловых нейтронов, не превышающей 910 барн (Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 151 с.; Группен К. Детекторы элементарных частиц: справочное издание / К. Группен; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.).

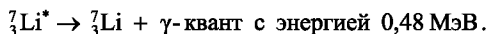
Известен комбинированный сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов на основе кристалла  $\text{NaI:Tl}$  с чехлом-радиатором из борсодержащего материала, окружающего кристалл  $\text{NaI:Tl}$  (Пат. 2189057 РФ). Толщина радиаторов, изготовленных из карбида или нитрида бора, достаточна для полного поглощения тепловых нейтронов ядрами  ${}^{10}\text{B}$ . Сечение захвата тепловых нейтронов естественной смесью изотопов бора составляет 767 барн, а для чистого изотопа  ${}^{10}\text{B}$  – 3837 барн. Механизм регистрации нейтронов сводится к следующему. Вначале происходит захват тепловых

нейтронов ядрами  $^{10}\text{B}$ , что вызывает ядерную реакцию  $(n, \alpha\gamma)$ -типа, которая протекает в две стадии:

– первая стадия:



– вторая стадия (через  $\sim 10^{-13}$  с после первой):



На первой стадии часть ядер лития образуется в возбужденном состоянии  ${}^7\text{Li}^*$ , они обеспечивают протекание второй стадии реакции с испусканием гамма-кванта с энергией 0,48 МэВ. Этот гамма-квант, возникший вследствие реакции  $(n, \alpha\gamma)$ , регистрируется сцинтиллятором NaI:Tl. Входящие в состав комбинированного детектора органические сцинтилляторы не способны регистрировать тепловые нейтроны, они могут регистрировать только быстрые нейтроны по протонам отдачи. Недостатком известного сцинтиллятора (Пат. 2189057 РФ) является высокая гигроскопичность применяемого кристалла NaI:Tl, что делает его ненадежным в эксплуатации. Все известные потенциальные борсодержащие сцинтилляторы (*Прайс В. Регистрация ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.; Группен К. Детекторы элементарных частиц: справочное издание / К. Группен; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.; Огородников И. Н., Кружалов А. В. // Изв. вузов. Физика. 1996. Т. 39, № 11. С. 76–93*) обладают невысокой эффективностью регистрации тепловых нейтронов, обычно на уровне 767 барн.

Известна сцинтилляционная композиция из кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ , пластика или стильбена (Пат. 2158011 РФ) для регистрации нейтронов и гамма-излучения. Однако такая сцинтилляционная композиция нечувствительна к тепловым нейтронам.

Известен сцинтиллятор для регистрации нейтронов на основе кристалла NaI:Tl с чехлом-радиатором из серебра (*Прайс В. Регистрация ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.*). Серебро эффективно поглощает нейтроны резонансных энергий и испускает гамма-кванты по реакции  $(n, \gamma)$ . Последние и регистрируются кристаллом NaI:Tl. Резонансные

реакции ( $n, \gamma$ ) на естественной смеси изотопов серебра имеют сечение взаимодействия 86,3 барн для медленных и промежуточных нейтронов и 63,3 барн для тепловых нейтронов. Однако такой детектор дорого стоит из-за высоких цен на серебро. Применение изотопа  $^{109}\text{Ag}$ , обладающего достаточно интенсивным поглощением тепловых нейтронов (сечение – 91 барн) для работы в сочетании с  $\text{NaI:Tl}$  нецелесообразно из-за малого периода его полураспада, равного всего 24,6 суткам.

Известен однокристалльный сцинтиллятор (Пат. 4482808 США) для регистрации нейтронов и гамма-лучей. Однако сцинтиллятор пригоден для регистрации быстрых нейтронов и непригоден для регистрации тепловых нейтронов.

Известна сцинтилляционная композиция из трех параллельно-последовательно соединенных сцинтилляторов (Пат. 2143711 РФ), один из которых, выполненный на основе  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла, чувствителен к тепловым нейтронам. Однако эффективность регистрации тепловых нейтронов таким сцинтиллятором, определяемая соответствующим сечением реакции  $^6\text{Li}(n, \alpha)^3\text{H}$  (сечение равно 940 барн), невысокая.

Наиболее близким техническим решением являются сцинтилляторы на основе  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$ . Они могут изготавливаться на основе керамики, например,  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  с содержанием европия не больше 0,5 мол.% (Пат. 2058957 РФ). Сцинтиллятор пригоден для детектирования ионизирующих излучений, преимущественно электронов, бета-частиц и гамма-квантов с энергией до 100 кэВ. Применение поликристаллической керамики  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  для регистрации нейтронов в Пат. 2058957 РФ не описано.

Сцинтилляторы на основе  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  изготавливаются, как правило, в виде монокристаллов (*Ставиский Ю. Я., Шопарь А. В.* // ПТЭ. 1962. № 5. С. 177–178.; *Шульгин Б. В.* [и др.] // Атомная энергия. 1993. Т. 75, вып. 1. С. 28–32.; *Рогожин А. А.* [и др.] // Закономерности распределения примесных центров в ионных кристаллах: сб. науч. тр. ВИМС. М.: ВИМС, 1977. С. 40–49; Неорганические сцинтилляционные материалы / *Л. В. Викторов* [и др.] // Изв. АН СССР. Неорг. материалы. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005–2029; Scintillation Detector. Harshaw, Catalogue. 1982. 112 p.). Согласно вышеприведенным источникам кристаллы  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  (плотность 3,19 г/см<sup>3</sup>; температура плавления 1407°C; коэффициент преломле-

ния света 1,44; твердость по Моосу 4;  $Z_{эф} = 16,5$ ) относятся к классу перспективных материалов для регистрации, дозиметрии и спектрометрии рентгеновского и бета-излучения на фоне гамма-излучения и нейтронов. Они обладают абсолютным энергетическим выходом сцинтилляций 8,4 % или  $29 \cdot 10^3$  фотон/МэВ (что составляет  $\sim 50$  % эффективности относительно NaI:Tl), длиной волны 435 нм, длительностью бета-сцинтилляций 800 нс и энергетическим разрешением по линии  $^{137}\text{Cs}$  9–10,5 %, а по линии  $^{241}\text{Am}$  26–30 %. Оптимальная концентрация примесей в кристаллах  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$ , обеспечивающая наибольший абсолютный выход сцинтилляций, равна 0,5–0,7 мас. % (Неорганические сцинтилляционные материалы / Л. В. Викторов [и др.] // Изв. АН СССР. Неорг. материалы. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005–2029). Для известных кристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  световых выход сцинтилляций практически стабилен в диапазоне температур от  $-60$  до  $+20^\circ\text{C}$ ; температурный коэффициент уменьшения световых выхода сцинтилляций при  $T > 20^\circ\text{C}$  равен 0,4–0,5 %/ $^\circ\text{C}$ ; послесвечение, измеренное с задержкой 1 мс, составляет  $0,6 \cdot 10^{-6}$  %, через 30 мс его величина становится меньше, чем 10–9 %; эффективный коэффициент поглощения на длине волны излучения (435 нм) составляет  $0,3 \pm 0,05 \text{ см}^{-1}$ . Однако кристалл-сцинтиллятор  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$ , обладающий высокими показателями по световых выходу сцинтилляций пригоден лишь для регистрации бета-излучения и гамма-излучения. Применение кристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  в качестве сцинтиллятора для регистрации тепловых нейтронов в вышеприведенных источниках не описано.

Задачей изобретения является получение на основе кристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  сцинтилляторов для регистрации нейтронов с повышенным сечением захвата тепловых нейтронов, т. е. с более высокой эффективностью регистрации тепловых нейтронов. Поставленная задача решается благодаря тому, что в известный сцинтиллятор, включающий фторид кальция, активированный европием, дополнительно вводят изотоп гелия  $^3\text{He}$  методом термодиффузии. В итоге получают кристалл-сцинтиллятор  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$ . Эффект изобретения проявляется в том, что при дополнительном введении изотопа  $^3\text{He}$  эффективность регистрации тепловых нейтронов кристаллами  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  возрастает почти в 2 раза по сравнению с  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$ . Возрастает в связи с тем, что захват последних в кристаллах  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  происходит по двум каналам: (n,  $\alpha$ )-реакции на ядрах Eu с сечением взаи-

модействия 4600 барн для естественной смеси изотопов европия; (n, p)-реакции на ядрах  $^3\text{He}$  с сечением взаимодействия 4000 барн (Машкович В. П. Защита от ионизирующих излучений / В. П. Машкович, Л. В. Кудрявцева. М.: Энергоатомиздат, 1995. 494 с.).

Сущность изобретения заключается в том, что предлагаемый сцинтиллятор имеет состав, ат. %:  $\text{CaF}_2$  – 99,25–99,59;  $\text{EuF}_3$  – 0,4–0,7;  $^3\text{He}$  – 0,01–0,05. Уменьшение содержания активатора европия до уровня ниже 0,4 ат. % или его увеличение более 0,7 ат. % ведет к уменьшению световыхода сцинтилляций. Световыход снижается с 0,5 до 0,2–0,3 и ниже относительно  $\text{NaI:Tl}$ . Уменьшение содержания изотопов  $^3\text{He}$  ниже 0,01 ат. % ( $\sim 10^{19}$  ат/см<sup>3</sup>) ведет к снижению эффективности регистрации тепловых нейтронов ядрами гелия из-за уменьшения их количества. Увеличение содержания изотопов гелия в кристаллах  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  выше 0,05 ат. % методом термодиффузии в принципе возможно, однако требует больших временных затрат и технически труднодостижимо.

*Пример 1.* Сцинтиллятор состава  $\text{CaF}_2$  – 99,25 ат. %,  $\text{EuF}_3$  – 0,7 ат. % и  $^3\text{He}$  – 0,05 ат. % получают в две стадии. На первой стадии выращивают кристаллы  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  в виде були диаметром до 45 мм и длиной 80 мм в графитовых тиглях методом Стокбаргера в вакууме. Для удаления следов кислорода в шихту добавляют фторид свинца в количестве 1 мас. %. Из центральных частей выращенной були вырезают кристалл диаметром 40 мм и высотой 6 мм. На второй стадии подготовленный кристалл помещают в специальную барокамеру, в которой в него вводят изотоп  $^3\text{He}$  с помощью термодиффузии по методу А. Я. Купряжкина (Купряжкин А. Я., Куркин А. Д. // ФТТ. 1990. Т. 32, № 8. С. 2349–2354). В кристаллах фторида кальция реализуются междоузельные и вакансионные механизмы диффузии с достаточно низкими энергиями активации – 1,16 эВ по примесным и 2,24 эВ по собственным вакансиям – и с еще более низкими энергиями растворения – 0,5 и 0,81 эВ соответственно. Выбор режимов термодиффузии сделан по известной температурной зависимости растворимости гелия и по известной зависимости растворимости гелия в кристаллах  $\text{CaF}_2$  от давления насыщения. Режим термодиффузии был выбран таким, чтобы содержание гелия  $^3\text{He}$  в кристалле  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  было доведено до 0,05 ат. %. Полученные кристаллы  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  обладали следующими свойствами:

эффективность регистрации тепловых нейтронов – 95 %; эффективный атомный номер –  $Z_{\text{эф}} = 16,5$ ; относительная сцинтилляционная эффективность в сравнении с NaI:Tl (по гамма-линии 662 кэВ изотопа  $^{137}\text{Cs}$ ) – 52 %; спектр свечения имеет максимум при 435 нм, длительность сцинтилляций – 780 нс, причем форма кривой затухания сцинтилляций описывается одной экспонентой; энергетическое разрешение по линии  $^{137}\text{Cs}$  – 12 %. Влияние температуры на спектр свечения монокристаллов  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  незначительно: в диапазоне от  $-50$  до  $+50^\circ\text{C}$  положение максимума полосы излучения сдвигается не более, чем на 5 нм, полуширина увеличивается с ростом температуры от 25 до 30 нм соответственно, длительность нейтронных сцинтилляций (использовали  $^{252}\text{Cf}$  с замедлителем) так же, как и  $\alpha$ -сцинтилляций, составляла 780 нс. Срок службы  $t_{\text{службы}}$  сцинтилляционных кристаллов  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  определяется временем релаксации  $t_{\text{рел}}$ , в течение которого содержание гелия в кристаллах убывает в  $e$  (экспонента) раз за счет процессов диффузии. Для кристаллов  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  при 300 К коэффициент междоузельной диффузии  $10^{-8} - 10^{-9} \text{ см}^2/\text{с}$ . Время релаксации оценивалось по формуле:

$$t_{\text{рел}} = \frac{\pi r^2}{D},$$

где  $r$  – радиус сцинтилляционного кристалла. Для  $r = 2$  см получаем, что  $t_{\text{службы}} = t_{\text{рел}} \cong 1,3 \cdot 10^9 - 1,3 \cdot 10^{10}$  с, т. е. от 40 до 400 лет. Таким образом, оценка даже по нижнему пределу дает срок службы сцинтилляционных кристаллов  $\sim 40$  лет, а средний срок службы не менее 100 лет.

*Пример 2.* Сцинтиллятор состава  $\text{CaF}_2 - 99,59$  ат. %,  $\text{EuF}_3 - 0,4$  ат. % и  $^3\text{He} - 0,01$  ат. %. Выращивание монокристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  с последующим введением в них изотопа  $^3\text{He}$  методом термодиффузии работает в тех же режимах, что были описаны в примере 1. Размеры кристалла:  $\varnothing = 40$  мм,  $h = 6$  мм. Сцинтиллятор обладает следующими свойствами: эффективность регистрации тепловых нейтронов  $\sim 90$  %; эффективный атомный номер –  $Z_{\text{эф}} = 16,5$ ; относительная сцинтилляционная эффективность в сравнении с NaI:Tl (по гамма-линии 662 кэВ изотопа  $^{137}\text{Cs}$ )  $\sim 45$  %; максимум спектра свечения – 435 нм; длительность сцинтилляций – 800 нс; энергетическое

разрешение по линии 662 кэВ изотопа  $^{137}\text{Cs}$  – 11 %. Рабочий диапазон температур от  $-50$  до  $+50^\circ\text{C}$ . Средний срок службы 100 лет.

*Пример 3.* Сцинтиллятор состава  $\text{CaF}_2$  – 99,4 ат. %,  $\text{EuF}_3$  – 0,58 %,  $^3\text{He}$  – 0,02 ат. % получают также в две стадии: выращивание монокристаллов  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$ , введение в  $\text{CaF}_2:\text{Eu}$  изотопа  $^3\text{He}$  методом термодиффузии. Размеры кристалла:  $\varnothing = 40$  мм,  $h = 8$  мм. Условия получения такие же, как и в примере 1. Сцинтиллятор обладает следующими свойствами: эффективность регистрации тепловых нейтронов – 92 %; световыход сцинтилляций относительно  $\text{NaI:Tl}$  – 0,5; эффективный атомный номер –  $Z_{\text{эф}} = 16,5$ ; максимум спектра свечения – 433 нм; длительность сцинтилляций – 800 нс; энергетическое разрешение по линии 662 кэВ изотопа  $^{137}\text{Cs}$  – 12 %. Средний срок службы – 100 лет.

Дополнительным преимуществом предлагаемых сцинтилляторов, описанных в примерах 1–3, является:

- способность регистрировать не только тепловые нейтроны, но и промежуточные, а также быстрые нейтроны благодаря повышенному сечению взаимодействия промежуточных и быстрых нейтронов с ядрами изотопа  $^3\text{He}$  (десятки и единицы барн соответственно);
- высокая эффективность регистрации бета-излучения из-за несущественных потерь на обратное рассеяние; последнее обусловлено низким  $Z_{\text{эф}} = 16,5$ ;
- способность селективно регистрировать нейтроны на гамма-фоне (при малых толщинах кристалла  $\text{CaF}_2:(\text{Eu}, ^3\text{He})$  вероятность регистрации гамма-излучения невелика вследствие низкого  $Z_{\text{эф}} = 16,5$ ).

### Формула изобретения

*Сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов, включающий фторид кальция, активированный европием, отличающийся тем, что он дополнительно содержит изотоп гелия  $^3\text{He}$  при следующем соотношении ингредиентов, ат. %: фторид кальция – 99,25–99,59; фторид европия – 0,4–0,7; изотоп гелия  $^3\text{He}$  – 0,01–0,05.*

## Патент 2248588 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 3/06

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2248588 РФ. Сцинтилляционный детектор /  
*Б. В. Шульгин, Д. В. Райков, В. Ю. Иванов, А. Н. Черепанов, А. И. Коссе, В. И. Соломонов, Т. С. Королева, М. М. Кидибаяв*. Заявл. 25.04.2003; опубл. 20.03.2005.  
Бюл. № 8.

### Реферат

Предложен сцинтилляционный детектор с PIN-фотодиодной регистрацией с повышенной чувствительностью к бета-, гамма- и нейтронному излучению.

Суть изобретения заключается в том, что, наряду со сцинтилляционным кристаллом  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$  или кристаллом стильбена, кремниевым PIN-фотодиодом и сместителем спектра, детектор дополнительно содержит светособирающий световод, а также корпус-коллиматор, причем сместитель спектра и световод выполнены как единый элемент на базе легированных или чистых кристаллов фторида лития или натрия, подвергнутых радиационно-лучевой обработке. Применение сместителя спектра позволяет сдвинуть область свечения сцинтиллятора  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$  ( $\lambda_1 \sim 420$  нм) или стильбена ( $\lambda_1 \sim 390$  нм) в область с  $\lambda_2 = 670$  нм, приближающуюся к области максимальной чувствительности PIN-фотодиода. Применение светособирающего световода позволяет использовать сцинтилляционные кристаллы  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$  или стильбена с увеличенной поверхностью рабочей грани, превышающей площадь входного окна PIN-фотодиода в несколько раз. Применение многослойного коллиматора, обеспечивающего коллимацию, как гамма-излучения, так и нейтронов, повышает отношение сигнал/шум и чувствительность детектора, обеспечивает направленность измерений.

### Описание изобретения

Заявляемое устройство относится к детекторам бета-, гамма- и нейтронных излучений и может быть использовано для обнаружения источников нейтронов и радиоактивных веществ в системах индивидуальной до-



симетрии и дозиметрии окружающей среды, в системах радиационного мониторинга местностей, морских акваторий, в системах таможенного радиационного контроля ядерных материалов, в системах обнаружения, учета и контроля ядерных материалов на границах страны и в других международных пунктах въезда, а также в любых зонах контроля, оговоренных международными соглашениями.

Известен сцинтилляционный детектор бета- и гамма-излучения (Горн Л. С. Современные приборы для измерения ионизирующих излучений / Л. С. Горн, Б. И. Хазанов. М.: Энергоатомиздат, 1989. 232 с.), в котором в качестве фотоприемного устройства используют фотоэлектронный умножитель (ФЭУ), а в качестве сцинтиллятора используют кристалл CsI:Tl. Последний имеет плотность  $4,51 \text{ г/см}^3$ , световыход сцинтилляций до 0,45 относительного такового для NaI:Tl, максимум свечения 565 нм, длительность сцинтиллимпульса 450 нс. Однако недостатками такого сцинтилляционного детектора являются большие габариты и вес фотоприемного устройства, требуемое для него высоковольтное питание, а также относительно невысокий световыход и большая длительность сцинтилляций.

Известен сцинтилляционный детектор бета- и гамма-излучения (Пат. 3382368 США), включающий сцинтилляционный кристалл BaF<sub>2</sub> (плотность  $4,88 \text{ г/см}^3$ ) и фотоэлектронный умножитель. Детектор имеет малую длительность сцинтилляций ( $< 50 \text{ нс}$ ). Однако максимум спектра свечения BaF<sub>2</sub> лежит в ультрафиолетовой области спектра,  $\lambda = 220 \text{ нм}$ , т. е. кристалл BaF<sub>2</sub> в режиме обычной фотодиодной регистрации совершенно неэффективен из-за весьма низкой чувствительности PIN-фотодиодов в области длин волн менее 500 нм. Недостатком известного сцинтилляционного детектора на основе BaF<sub>2</sub> является также то, что используемый в нем в качестве фотоприемника ФЭУ имеет большие размеры и вес и требует высоковольтного питания, что увеличивает габариты, вес и стоимость детектора в целом.

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов (Пат. 3382368 США), включающий замедлитель из полиэтилена или полипропилена, сцинтиллятор <sup>6</sup>LiI:Eu и ФЭУ. Сцинтиллятор имеет плотность  $4,06 \text{ г/см}^3$ , сцинтилляционную эффективность 0,2–0,3 относительно таковой для NaI:Tl и длину волны люминесценции 460 нм. Однако такой сцинтилляционный детектор не эффективен в устройствах с фотодиодной регист-

рацией и, кроме того, он имеет очень большую длительность сцинтилляции ( $\tau = 1,4$  мкс), требует высоковольтного питания для ФЭУ, имеет большие габариты и вес фотоприемного устройства.

Известен сцинтилляционный детектор быстрых нейтронов (Пат. 3398278 США), включающий замедлитель из полиэтилена, сцинтиллятор  $\text{ZnS:Ag}$  и ФЭУ. Сцинтиллятор имеет световыход, в 2 раза (Иванов В. И. Курс дозиметрии / В. И. Иванов. М.: Атомиздат, 1970. 392 с.) превышающий световыход  $\text{NaI:Tl}$ , максимум спектра излучения сцинтиллятора расположен при 450 нм. Однако такой детектор имеет большую длительность сцинтилляций  $\sim 1\text{--}2$  мкс, т. е. не обеспечивает высокой грузозачной способности, имеет большие габариты и вес фотоприемного устройства.

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов (Rodes N. J. The role of inorganic scintillators in neutron detector technology. / N. J. Rodes, M. W. Jonson. Proceedings of the Int. Conf. on inorganic scintillators and their applications. 1996, Delft, Netherlands. P. 73–80.), включающий сцинтиллятор  $\text{ZnS(Ag):}^6\text{Li}$  и ФЭУ. Однако такой детектор имеет большую длительность сцинтилляций,  $\tau = 1\text{--}2$  мкс, т. е. не обеспечивает высокой грузозачной способности. Кроме того, он имеет большие габариты, соответственно, большой вес фотоприемника и требует высоковольтного питания.

Известен сцинтилляционный детектор (Неорганические сцинтилляционные материалы / Л. В. Викторов [и др.] // Изв. АН СССР. Неорг. материалы. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005–2029; Тинг С. Установка ЛЗ, ЛЭП (ЦЕРН): препринт / С. Тинг. Л.: ЛИЯФ, 1987. 52 с.), включающий сцинтилляционный кристалл  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  и фотодиод, используемый в экспериментах в Европейском ядерном центре (ЦЕРН) на ускорителях на встречных пучках. Сцинтилляционный детектор имеет максимум свечения в зеленой области спектра 540 нм, что не обеспечивает высокого коэффициента согласования с фотоприемником в области максимальной чувствительности PIN-фотодиода (инфракрасная область 800–1000 нм). Известный детектор имеет низкий световыход на уровне 0,1 относительно такового для  $\text{NaI:Tl}$  и большую длительность свечения,  $\tau = 300$  мкс, что не позволяет обеспечить высокую грузозачную способность детектора.

Известны сцинтилляторы на основе легированных или чистых кристаллов  $\text{LiF}$  и  $\text{NaF}$  с центрами окраски  $\text{LiF:Sc}$ ,  $\text{LiF:Sr}$ ,  $\text{LiF:U,Cu}$ ,  $\text{NaF:U,Cu}$

(Сцинтилляторы на основе кристаллов LiF и NaF с центрами окраски / Д. В. Райков [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. трудов. Екатеринбург: ГОУ УГТУ–УПИ, 2002. Вып. 10. С. 4–10.) с основной полосой свечения в области 600–750 нм (максимум 670 нм) и длительностью сцинтилляций порядка наносекунд. Красная полоса свечения 660–750 нм сцинтилляторов является основной, ее интенсивность в 3–8 раз превышает интенсивность дополнительных сине-зеленых полос свечения в области 440–520 нм. Природа этих полос связана в основном с центрами окраски  $F_2$ -типа (670 нм) и  $F_3^+$ -типа (440–520 нм). Однако применение сцинтилляторов на центрах окраски в легированных или чистых кристаллах LiF и NaF известно только для регистрации импульсных электронных пучков. Возможное применение таких кристаллов LiF и NaF в качестве сместителей спектров и световодов нигде не описано.

Известен сцинтилляционный детектор фирмы SCIONIX Holland (Фотодиодные сцинтилляционные детекторы. Photodiode Scintillation Detectors SRD-200. Проспект фирмы SCIONIX Holland, 1992. 2 с.) с фотодиодной регистрацией, пригодный для регистрации рентгеновского ( $> 60$  кэВ) и гамма-излучения в промышленных и медицинских целях. Детектор имеет размеры: диаметр – 40 мм, высота – 50 или 70 мм. Он содержит кристалл CsI:Tl  $10 \times 10 \times 10$  мм<sup>3</sup>, максимум спектра люминесценции которого расположен при 565 нм, и кремниевый PIN-фотодиод. Однако известный сцинтилляционный детектор с фотодиодной регистрацией (Фотодиодные сцинтилляционные детекторы. Photodiode Scintillation Detectors SRD-200. Проспект фирмы SCIONIX Holland, 1992. 2 с.) обладает большой длительностью сцинтимпульса,  $\tau = 450$  мкс, т. е. невысокой нагрузочной способностью, и главное, имеет малые размеры чувствительной поверхности сцинтиллятора – всего 1 см<sup>2</sup>, малый чувствительный объем сцинтиллятора, равный 1 см<sup>3</sup>, поскольку имеет размеры  $10 \times 10 \times 10$  мм<sup>3</sup>, диктуемые размерами приемного окна PIN-фотодиода, что не обеспечивает высокой чувствительности к рентгеновскому и гамма-излучению. Кроме того, детектор с кристаллом CsI:Tl не пригоден для регистрации нейтронов и не обеспечивает осевой направленности измерений: из-за отсутствия коллиматора он регистрирует гамма-кванты, поступающие не только через

торцевую рабочую поверхность сцинтилляционного кристалла, но и через боковую и тыльную поверхности кристалла CsI:Tl.

Из всех известных сцинтилляционных детекторов нейтронного и гамма-излучения наиболее близким к заявляемому является устройство (Пат. 2142147 РФ) со сцинтилляционным кристаллом, кремниевым PIN-фотодиодом и с расположенным между сцинтилляционным кристаллом и PIN-фотодиодом сместителем спектра в виде сцинтиллирующей пленки (или тонкого сцинтиллирующего кристалла). В известном детекторе (Пат. 2142147 РФ) при регистрации гамма-излучения для повышения эффективности регистрации излучения и загрузочной способности в качестве сцинтиллятора используют кристалл  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$ , у которого амплитуда сцинтилляций с максимумом спектра 420 нм и длительностью импульса 20 нс (в 200 раз более короткой, чем у CsI:Tl) превышает амплитуду сцинтилляций кристалла CsI:Tl. В качестве сцинтиллятора при регистрации нейтронов в детекторе (Пат. 2142147 РФ) используют кристалл стильбена с  $\lambda \sim 390$  нм и длительностью сцинтилляций  $\sim 2$  нс. Для того чтобы сцинтилляции кристалла  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$  или кристалла стильбена с  $\lambda = 420$  нм и 390 нм соответственно могли быть зарегистрированы кремниевым PIN-фотодиодом, чувствительным к световым импульсам с длиной волны в области 500–1100 нм (максимум в области 800–1000 нм (Hamamatsu Technical Data Sheet  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  sensitive area PIN silicon photocells S1723, S1790 Series.; Photodiode, Si, pin. «РЕСОН» LTD. Company Moscow. Реклама фирмы «Рекон», Москва, 1994)), они должны быть преобразованы в более длинноволновые сцинтилляции. Такое преобразование выполняет сместитель спектра, не затягивающий при этом длительности сцинтилляционного импульса. Сместителем спектра в детекторе (Пат. 2142147 РФ) является сцинтиллирующий органический борсодержащий состав  $(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$  (Авт. свид-во 1550925 СССР; Авт. свид-во 1351078 СССР) с максимумом спектра свечения в области 520–560 нм и длительностью сцинтигимпульсов 0,62 нс.

Недостатком известного детектора (Пат. 2142147 РФ) является то, что сместитель спектра (состав  $(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$ ) преобразует синее ( $\lambda \sim 420$  нм или 390 нм (для стильбена)) излучение сцинтиллятора в зелено-желтое ( $\lambda \sim 520\text{--}560$  нм), а не в красное-инфракрасное, которое необхо-

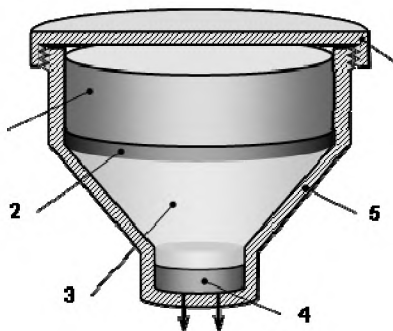
димо для обеспечения высокого коэффициента согласования со спектральной чувствительностью PIN-фотодиода, имеющей максимум в области чувствительности 800–1000 нм. По этой причине известный детектор (Пат. 2142147 РФ) обладает недостаточно высокой чувствительностью. Недостатком является также то, что размеры чувствительной поверхности сцинтилляционных кристаллов  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5\text{:Ce}$  или стилибена в устройстве (Пат. 2142147 РФ) ограничены размерами PIN-фотодиода  $10 \times 10 \text{ мм}^2$ , что не обеспечивает необходимой чувствительности детектора к гамма-излучению и нейтронам при решении задач обнаружения слабых потоков нейтронного и гамма-излучения или при решении задач обнаружения фоновых аномалий или просто при измерениях уровня фона или изменений (временных) уровня фона.

Предлагаемым изобретением решается задача повышения чувствительности сцинтилляционного детектора с фотодиодной регистрацией к гамма-излучению и нейтронам.

Заявляемое устройство, предлагаемое для решения задачи повышения уровня чувствительности сцинтилляционных детекторов с PIN-фотодиодной регистрацией к гамма- и нейтронному излучению, содержащее сцинтилляционный кристалл, сместитель спектра, светособирающий световод и фотоприемное устройство в виде PIN-фотодиода, размещенные в корпусе-коллиматоре, обеспечивает повышение чувствительности к гамма-излучению или нейтронам в несколько раз. Блок-схема заявляемого устройства приведена на фиг. 1. Устройство содержит сцинтилляционный кристалл 1, находящийся с ним в оптическом контакте сместитель спектра 2 вместе со светособирающим световодом 3, который находится в оптическом контакте с PIN-фотодиодом 4. Все эти элементы детектора помещены в единый корпус 5, играющий роль коллиматора, с крышкой 6.

Сущность изобретения заключается в том, что благодаря применению светособирающего световода как в случае регистрации гамма-излучения, так и в случае регистрации нейтронов, размеры сцинтилляционного кристалла 1, в частности, площадь воспринимающей излучение рабочей грани сцинтилляционного кристалла не лимитируется (не ограничена) размерами входного окна PIN-фотодиода. Площадь рабочей грани может быть на порядок больше, что увеличивает чувствительность датчика

в несколько раз. Отличительной особенностью предлагаемого изобретения является также наличие совершенно новой конструкции для важнейшего элемента устройства: сместитель спектра и световод выполнены в виде цельного неразделяющегося блока, в виде единой гетероструктуры на базе одного и того же кристалла (например, легированного или чистого кристалла LiF или NaF). Последнее полностью исключает потери света на границе сместитель спектра – светособирающий световод. Роль сместителя спектра играет тонкий слой (20–70 мкм) кристаллов LiF или NaF (легированных или чистых), насыщенный  $F_2$ -центрами, получаемый путем радиационно-лучевой обработки поверхности кристаллов импульсными пучками электронов с энергией до 180 кэВ. Чувствительность детектора повышена также за счет применения коллиматора 5, обеспечивающего осевую направленность измерения и повышение отношения сигнал/шум за счет отсежки шумового излучения, поступающего в сцинтилляционный кристалл сбоку и с тыла.



Фиг. 1. Сцинтилляционный детектор со сместителем спектра

Устройство работает в двух возможных функциональных режимах (регистрация гамма-излучения или нейтронов) следующим образом. В случае регистрации гамма-излучения в качестве сцинтилляционного кристалла используют кристалл  $Lu_2SiO_5:Ce$  диаметром до 4 см и более (т. е. с площадью рабочей грани  $\sim 12,6 \text{ см}^2$  и более). В кристалле возникают яркие

быстрые световые вспышки (сцинтилляции) с длительностью 20 нс. Их спектр свечения расположен в синей области с максимумом при 420 нм. Далее сместитель спектра в виде тонкого сцинтиллирующего слоя  $F_2$ -центров окраски (получаемого методом радиационно-лучевой обработки поверхности) и световод, изготовленные в виде единого блока на одной и той же базе легированных или чистых кристаллов LiF и NaF преобразуют коротковолновое синее  $\lambda_1$ -излучение в длинноволновое красное  $\lambda_2$ -излучение (где  $\lambda_1 = 420$  нм, а  $\lambda_2 = 670$  нм) и направляют красное излучение на чувствительный к этому излучению PIN-фотодиод, который работает либо в счетном, либо в спектрометрическом режимах, и дает информацию либо о мощности дозы, либо о спектре гамма-излучения. Коэффициент согласования спектральной чувствительности PIN-фотодиода при регистрации излучения с  $\lambda = 670$  нм в 2–3 раза превышает таковой для прототипа и аналога, в которых фотодиодом регистрировалось излучение с  $\lambda = 520$ –565 нм.

В случае режима регистрации нейтронов в качестве сцинтиллирующего кристалла используют кристалл стильбена, обладающий синим свечением. Сместитель спектра преобразует синее свечение стильбена ( $\lambda_1 = 390$  нм) в красное свечение приповерхностных слоев  $F_2$ -центров окраски ( $\lambda_2 = 670$  нм) легированных или чистых кристаллов (Li,Na)F, которое через светособирающий световод фиксируется PIN-фотодиодом.

Повышенное отношение сигнал/шум и, соответственно, повышенная чувствительность детектора обеспечивается дополнительно с помощью корпуса детектора, играющего одновременно роль коллиматора как в случае регистрации нейтронного, так и в случае регистрации гамма-излучения. Корпус коллиматора состоит из слоев водородсодержащих материалов для коллимации нейтронов и материалов с высоким эффективным атомным номером (свинец, сталь) для обеспечения коллимации гамма-квантов.

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтилляционно-го детектора с фотодиодной регистрацией является повышенная радиационная стойкость сместителя спектра: облучение легированных и нелегированных кристаллов (Li,Na)F гамма-излучением до доз  $10^4$ – $10^5$  Зв и выше повышает концентрацию  $F_2$ -центров свечения и, следовательно, повышает

эффективность сместителя спектра на основе кристаллов LiF, NaF, LiF:Sc, LiF:Sr, LiF:U,Cu, NaF:U,Cu.

### **Формула изобретения**

1. *Сцинтилляционный детектор*, включающий сцинтиллятор, сместитель спектра и PIN-фотодиод, *отличающийся тем, что* дополнительно содержит светособирающий световод и корпус-коллиматор, причем сместитель спектра и светособирающий световод выполнены в виде единого блока на основе легированных или чистых кристаллов фторидов лития или натрия.

2. *Сцинтилляционный детектор* по п. 1, *отличающийся тем, что* в качестве сместителя спектра используют приповерхностные слои легированных или чистых кристаллов фторидов лития или натрия, насыщенные F<sub>2</sub>-центрами свечения с помощью радиационно-лучевой обработки поверхности кристаллов, а оставшуюся часть легированных кристаллов фторидов лития или натрия используют в качестве светособирающего световода.

3. *Сцинтилляционный детектор* по п. 1, *отличающийся тем, что* его корпус-коллиматор обеспечивает коллимацию как нейтронного, так и гамма-излучения.



**Патент 2251124 РФ**  
**СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ ДАТЧИК**  
**ЭЛЕКТРОННОГО И БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ**

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 001/202, 001/203

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2251124 РФ. Спектрометрический датчик электронного и бета-излучения / *А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, В. Л. Петров, Т. С. Королева*. Заявл. 14.10.2003; опубл. 27.03.2005. Бюл. № 12.

### **Реферат**

Предложен сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения, предназначенный для регистрации и определения энергии электронного и бета-излучения, способный работать в режиме реального времени и применяемый в дозиметрической и таможенной практике для идентификации источников электронного, бета- и позитронного излучения.

Суть изобретения заключается в том, что сцинтиллятор, выполненный в виде одномерного сцинтилляционного экрана, дополнительно содержит клинообразный преобразователь излучения, сделанный из вещества с низким эффективным атомным номером и имеющий вогнутую форму, обеспечивающую линейную зависимость преобразования энергии регистрируемого излучения в величину пробега. Свечение сцинтиллятора воспринимается фотоприемником, выполненным в виде одномерной фоточувствительной линейки, а тракт обработки сигналов включает схему для определения местоположения крайней светящейся ячейки одномерного сцинтилляционного экрана. Подобная конструкция характеризуется высокой чувствительностью к электронному и бета-излучению и позволяет для обеспечения спектрометрических функций устройства использовать простую схему обработки сигналов в отличие от аналогов, где используются сложные схемы с высокими требованиями к линейности преобразования сигналов.

### **Описание изобретения**

Изобретение относится к области датчиков ионизирующих излучений, чувствительных к электронному и бета-излучению, предназначенных

для определения энергии электронного и бета-излучения и применяемых в дозиметрической и таможенной практике для идентификации источников электронного и бета-излучения, а также при работе с радиоизотопами в медицинской диагностике и терапии.

Известен сцинтилляционный детектор ядерных излучений (Пат. 3688118 США), который содержит два сцинтилляционных датчика, один из которых чувствителен к заряженным частицам, к электронному и бета-излучению и нейтронам, а второй сцинтилляционный датчик чувствителен только к заряженным частицам, к электронному и бета-излучению. Однако ни один из этих сцинтилляционных датчиков электронного и бета-излучения не пригоден для идентификации их энергии, поскольку каждый из них работает только в счетном режиме.

Известны сцинтилляционные датчики электронного и бета-излучения на основе органических материалов (*Шрам Э. Органические сцинтилляторы / Э. Шрам, Р. Ломбер. М.: Атомиздат, 1967. 184 с.*). Органические сцинтилляторы, уступая неорганическим по термической устойчивости, обладают рядом преимуществ: они обладают малой длительностью сцинтилляций и являются быстрыми сцинтилляторами нано- и пикосекундного диапазона. Они в отличие от неорганических сцинтилляторов, пригодны для регистрации супермягкого электронного и бета-излучения. Однако органические сцинтилляционные датчики работают в счетном режиме и не обеспечивают спектрометрии электронного и бета-излучения. Использование органических сцинтилляторов в сцинтилляционных спектрометрах ограничено из-за их крайне низкого энергетического разрешения (несколько десятков процентов) и из-за необходимости применения сложных спектрометрических электронных трактов.

Известен сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения в виде последовательно соединенных сцинтилляционного кристалла  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  и световода из органического водородсодержащего вещества-сцинтиллятора на основе стильбена или пластмассы  $(\text{CH})_n$ , чувствительного к быстрым нейтронам, а также электронному и бета-излучению (Пат. 2088952 РФ). Однако известный сцинтилляционный датчик по Пат. 2088952 РФ применяется только в счетном режиме. Возможность его применения для определения энергии электронного и бета-излучения

ограничена из-за низкого энергетического разрешения используемых в нем материалов: энергетическое разрешение кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  обычно составляет 15–20 %, а органического компонента сцинтилляционного датчика – десятки процентов. Кроме того, известный сцинтилляционный датчик для определения энергии требует применения сложного спектрометрического электронного тракта.

Известен сцинтилляционный датчик, в частности, сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения (Пат. 5514870 США). Сцинтилляционный датчик содержит чистый кристалл CsI и быстрый пластический сцинтиллятор NE102A. В качестве фотоприемника используют фотоумножитель. При регистрации падающей радиации световые сцинтилляции от обоих сцинтилляторов (пластика и кристалла CsI) поступают на фотоумножитель, сигналы от которого обрабатываются электронным трактом. Однако тракт обработки сигналов известного датчика оказывается сложным. Он включает в себя анализатор импульсов, временной селектор с короткими и длинными временными воротами. Детектор при анализе вида падающей радиации обеспечивает высокое временное разрешение (3 нс), задаваемое пластиком. Однако при определении энергии падающего электронного или бета-излучения временное разрешение датчика оказывается недостаточно высоким, для чистого кристалла CsI оно составляет 30 нс.

Наиболее близким к заявляемому является сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения, описанный в работе (*Прайс В. Регистрация ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.*). Датчик содержит сцинтиллятор, фотоприемник и тракт обработки сигналов. В качестве сцинтиллятора в известном устройстве применяют кристаллы антрацена, обладающие малым временем высвечивания (до 4 нс) и не требующие в отличие от кристаллов  $\text{NaI:Tl}$  герметичной упаковки. В качестве фотоприемника применяют фотоэлектронный умножитель. Сцинтиллятор выбирается такого размера, чтобы его площадь равнялась площади катода торцевого фотоумножителя, а толщина – пробегу бета-частиц с максимальной энергией. Тракт обработки сигналов известного сцинтилляционного бета-спектрометрического датчика содержит блок анализатора, который регистрирует только импульсы, соответствующие пику полной энергии и анализирует формируемый амплитудный спектр, а также содержит слож-

ную схему, которая корректирует получаемый амплитудный спектр из-за нелинейной зависимости световыхода антрацена от энергии электронного и бета-излучения при энергиях ниже 100 кэВ. Недостатком известного устройства является постоянная толщина выбранного сцинтиллятора, равная, по крайней мере, пробегу бета-частиц с максимальной энергией, что делает его малоприменимым, если требуются измерения бета-источников других типов с более жестким спектром, т. е. с большей максимальной энергией. Недостатком является также наличие сложной схемы анализатора и коррекции сигналов.

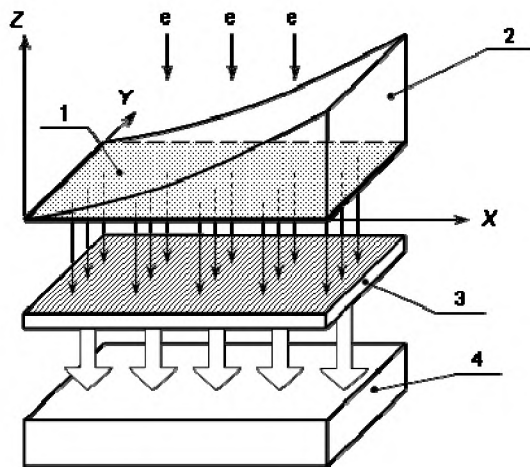
Предлагаемый сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения (фиг. 1) состоит из сцинтиллятора в виде одномерного сцинтилляционного экрана 1, содержащего дополнительно клинообразный преобразователь излучения вогнутой формы 2; фотоприемника в виде одномерной фоточувствительной линейки 3 и тракта обработки сигналов 4. Датчик работает следующим образом. Попадая в дополнительный преобразователь излучения, электронное излучение проходит через клинообразный преобразователь излучения вдоль оси  $Z$  на величину, не превышающую максимальный экстраполированный пробег электронов (бета-частиц) для данной энергии. Это означает, что только часть излучения достигнет сцинтиллятора 1, т. е. по оси  $X$  будет загружена только часть ячеек фотоприемной линейки от начала (нулевой толщины) клина до некоторого предела, соответствующего определенной толщине клина, по которому и можно определить максимальную энергию падающего излучения. Чтобы координата крайней светящейся ячейки сцинтилляционного экрана была пропорциональна энергии регистрируемых электронов, поверхность клина должна иметь форму ( $Z = f(X)$ ), соответствующую зависимости пробега электронов от их энергии. Фоторегистрирующее устройство и тракт обработки сигналов определяют крайнюю светящуюся ячейку сцинтилляционного экрана путем сравнения сигнала от каждой ячейки фоторегистрирующей линейки с сигналом, соответствующим пороговому значению, адекватному фону. Световой фон может быть связан с естественным гамма-фоном и случайными слабыми сцинтилляциями. Устройство определяет координату  $X$  последней светящейся ячейки сцинтилляционного экрана. Это, поскольку  $X \sim R_{\text{экс}}$ , равносильно определению экстраполированного

пробега  $R_{\text{экс}}$  электронов (бета-частиц) в веществе клина, имеющем небольшой эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}}$  (алюминий, легкая керамика, фторид лития или натрия и др.) для уменьшения альбеда электронного и бета-излучения. Далее по величине  $R_{\text{экс}}$ , г/см<sup>2</sup> определяется энергия электрона  $E_0$ , МэВ, по формуле:

$$E_0 = C_1 m_0 c^2 \exp \left[ \frac{R_{\text{экс}}}{C_1} \left( C_2 + \frac{C_3}{1 + C_4 R_{\text{экс}}^{C_5}} \right) - 1 \right],$$

где  $C_1 = \frac{2,98 \cdot 10^3}{Z}$ ;  $C_2 = \frac{6,14 Z^{1,026}}{A}$ ;  $C_3 = 2,57 \cdot 10^2 - 0,34 Z$ ;  $C_4 = \frac{1,47 \cdot 10^3}{Z^{0,692}}$ ;  $C_5 = \frac{0,905}{Z^{0,1874}}$ ;  $A$  – атомная масса,  $Z$  – эффективный атомный номер вещества.

(Машкович В. П. Защита от ионизирующих излучений / В. П. Машкович, Л. В. Кудрявцева. М.: Энергоатомиздат, 1995. 494 с.).



Фиг. 1. Спектрометрический датчик электронного и бета-излучения

Сцинтилляционный экран изготавливают из материала с малым временем высвечивания  $\tau$  (например, (Li, Na)F кристаллы с  $\tau < 5$  нс), что по-

звolyет датчику работать в режиме реального времени при больших радиационных нагрузках.

Преимуществом предлагаемого сцинтилляционного датчика электронного и бета-излучения является его работа в режиме реального времени и простота тракта обработки сигналов в сравнении с аналогами, в которых используются сложные схемы с высокими требованиями к линейности преобразования сигналов.

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтилляционного датчика электронного и бета-излучения является возможность регистрации не только электронного и бета-, но и позитронного излучения.

### **Формула изобретения**

1. *Сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения, включающий сцинтиллятор, фотоприемник и тракт обработки сигналов, отличающийся тем, что сцинтиллятор выполнен в виде одномерного сцинтилляционного экрана и дополнительно содержит клинообразный преобразователь излучения, фотоприемник выполнен в виде одномерной фоточувствительной линейки, а тракт обработки сигналов включает схему для определения местоположения крайней светящейся ячейки одномерного сцинтилляционного экрана;*

2. *Сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения по п. 1, отличающийся тем, что клинообразный преобразователь изготовлен из вещества с небольшим эффективным атомным номером;*

3. *Сцинтилляционный датчик электронного и бета-излучения по п. 1, 2, отличающийся тем, что клинообразный преобразователь имеет вогнутую форму, обеспечивающую линейную зависимость преобразования энергии регистрируемого излучения в величину пробега.*

## Патент 2261459 РФ СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Код(ы) МПК

G01T 1/20 G01N 15/08

Библиографическая ссылка Пат. 2261459 РФ. Сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения /

*А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, Т. С. Королева, С. Pedrini, С. Dujardin.*  
Заявл. 29.01.2004; опубл. 27.09.2005. Бюл. № 27.

### Реферат

Предложен сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения с высоким (микронным) пространственным разрешением, малым временем ( $\sim$  нс) высвечивания сцинтилляций и красным диапазоном ( $\sim$  600–720 нм) свечения, способный работать в режиме реального времени и предназначенный для визуализации рентгеновского излучения в томографии, микротомографии, радиографии, в системах таможенного контроля и в системах неразрушающего контроля промышленных изделий. Предложенный сцинтиллятор способен также визуализировать потоки электронного излучения.

Суть изобретения заключается в том, что кристаллы фторида лития или натрия содержат приповерхностный сцинтилляционный слой, выполненный в виде дискретных сцинтилляционных ячеек с размерами от 6 мкм и выше, оптически разделенных между собой металлической сеткой с размерами, соответствующими размерам ячеек.

Предложенный сцинтиллятор позволяет применять для считывания изображения PIN-фотодиоды и обеспечивает работу сцинтиллятора в режиме реального времени.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области датчиков ионизирующих излучений с высоким пространственным разрешением, чувствительных к пучкам рентгеновского и электронного излучений и применяемых для их визуализации в томографии, микротомографии, радиографии, в системах таможен-

ного контроля, в системах неразрушающего контроля промышленных изделий, а также при телемеханическом мониторинге промышленных изделий и технологий.

Известен люминофор-сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения (Digital radiography using an EBCCD-based imaging device / *M. Rossi* [et al.] // *Appl. Radiation and Isotopes* 2000. Vol. 53. P. 699–709) на основе запоминающих фосфоров BaFBr:Eu, создающих скрытое изображение. Однако визуализация скрытого изображения на известном люминофоре-сцинтилляторе происходит только при дополнительной оптической стимуляции, например, He–Ne лазером, т. е. такой люминофор-сцинтиллятор не позволяет работать в режиме реального времени. Кроме того, он имеет недостаточно высокое пространственное разрешение на уровне нескольких сотен микрон.

Известен сцинтиллятор на основе кристаллов NaI:Tl, работающий в сочетании с фотоэлектронными умножителями (*Hell E. The evolution of scintillating medical detectors* / *E. Hell, W. Knüpfer, D. Mattern* // *Nucl. Instr. and Meth.* 2000. Vol. A454. P. 40–48). Однако известный сцинтиллятор не обеспечивает высокого пространственного разрешения, поскольку является сплошным, вследствие чего в нем происходит изотропное рассеяние сцинтилляций и изображение размывается. Кроме того, спектр излучения NaI:Tl (410 нм) плохо согласуется со спектральной чувствительностью PIN-фотодиодов (420–800 нм).

Известен сцинтилляционный экран на основе полистироновых сцинтиллирующих волокон (Reflection losses in polystyrene fibers / *C. D'Ambrosio* [et al.] // *NIM.* 1991. Vol. A306. P. 549), работающих в сочетании с мультисекторными (многоканальными) фотоэлектронными умножителями (*Группен К. Детекторы элементарных частиц: справочное издание* / *К. Группен*; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.). Такой сцинтилляционный экран имеет пространственное разрешение на уровне 20–60 мкм, однако из-за низкого эффективного атомного номера ( $Z_{эф} \leq 6$ ) он обладает очень низкой чувствительностью к рентгеновскому излучению и неэффективен для его визуализации. Кроме того, сцинтилляторы из органических материалов обладают очень низкой термической и радиационной стойкостью.



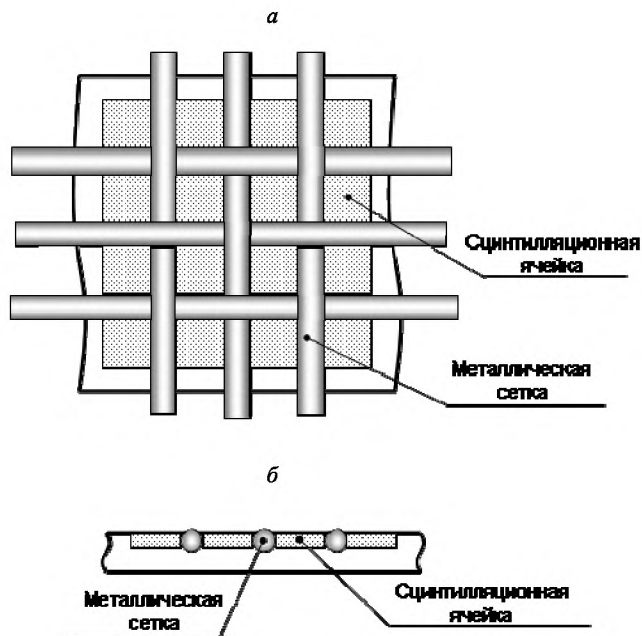
Известны сцинтиллирующие среды на основе гамма-облученных пленок фторидов  $\text{LiF}$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{BaF}_2$  или  $\text{CaF}_2$  (или их комбинаций), полученных методом термовакuumного напыления фторидов металлов после гамма-облучения этих пленок заданной дозой, обычно 7 кКл/кг (Спектрально-люминесцентные свойства гамма-облученных кристаллов и пленок на основе фторидов / *А. П. Войтович* [и др.] // Журн. прикл. спектр. 2003. Т. 70, № 1. С. 116–123). Недостатком известных сцинтилляционных сред является их невысокое пространственное разрешение, что связано с тем, что центры окраски в пленочных или кристаллических фторидах распределены равномерно по всей зоне облучения. Поскольку пленки при малой толщине обладают еще и волноводными свойствами, то при попадании пучка излучения в какую-либо точку пленки ее сплошная светящаяся поверхность создает сильный фон, ухудшающий пространственное разрешение.

Известен сцинтиллятор на основе кристаллов  $\text{NaF}$ , облученных синхротронным излучением, в результате чего в них наводятся  $\text{F}_2$ -центры окраски, которые являются центрами свечения красного диапазона. (*Иванов В. Ю.* Быстрая люминесценция кристаллов на основе  $\text{NaF}$  / *В. Ю. Иванов, Б. В. Шульгин, Т. С. Королева* // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 1999. Вып. 2. С. 100–102.). Максимум полосы свечения  $\text{F}_2$ -центров окраски в  $\text{NaF}$  приходится на область 650–675 нм, что хорошо согласуется со спектральной чувствительностью не только фотоэлектронных умножителей, но и PIN-фотодиодов. Длительность сцинтилляций известного сцинтиллятора на основе  $\text{NaF}$  с центрами окраски равна 8 нс при возбуждении импульсами синхротронного излучения длительностью 430 пс. Однако известный сцинтиллятор на основе  $\text{NaF}$  является сплошным: сцинтилляционный слой занимает всю поверхность облученного кристалла и поэтому обладает невысокой пространственной разрешающей способностью, соответствующей миллиметровому диапазону.

Наиболее близким к заявляемому сцинтиллятору является тонкослойный сцинтиллятор на основе кристаллов  $(\text{Li},\text{Na})\text{F}:\text{U},\text{Me}$  с центрами окраски (Эволюция агрегатных центров свечения кристаллов  $(\text{Li},\text{Na})\text{F}$  под действием радиации / *А. Н. Черепанов* [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: ГОУ ВПО

УГТУ–УПИ, 2003. Вып. 12. С. 27–38). Такой сцинтиллятор в приповерхностном слое содержит агрегатные центры окраски типа  $F_2$ ,  $F_2^+$ ,  $F_3^+$  и  $F_2^-$ , являющиеся эффективными центрами свечения, и обладает основным максимумом свечения при 650 нм. Однако известный тонкослойный сцинтиллятор не может обеспечить высокого пространственного разрешения из-за того, что имеет сплошной сцинтилляционный слой.

Предлагаемый сцинтиллятор состоит из приповерхностного сцинтилляционного слоя, представляющего собой сцинтиллятор на основе кристаллов  $(Li,Na)F$  в виде дискретных ячеек с размерами от 6 мкм до 200 мкм и выше, оптически разделенных между собой металлической сеткой с размерами, соответствующими размерам ячеек (фиг. 1).



Фиг. 1. Сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения: *а* – вид сверху; *б* – вид сбоку

Металлическая сетка выполняется из радиационно-стойкого материала (например, тантала, циркония, ниобия) и размещается в кристалле на глубине приповерхностного сцинтилляционного слоя (4–6 мкм) для оптического разделения сцинтилляционных ячеек. Дискретная структура слоя обеспечивает высокое пространственное разрешение, что связано с тем, что свечение одной из сцинтилляционных ячеек не возбуждает свечение соседних. Пространственное разрешение предлагаемого сцинтиллятора составляет единицы–сотни микрон. Визуализация рентгеновского излучения происходит благодаря свечению агрегатных центров окраски типа  $F_2$ ,  $F_2^+$ ,  $F_3^+$  и  $F_2^-$ , с основным максимумом свечения в диапазоне 650 нм, что позволяет применять для считывания изображения PIN-фотодиоды. Длительность сцинтилляций не превышает 8 нс, что обеспечивает работу сцинтиллятора в режиме реального времени.

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтиллятора является возможность визуализации не только рентгеновского, но и электронного излучения, а также возможность использования сцинтиллятора в качестве чувствительного элемента сцинтилляционных детектирующих устройств.

### Формула изобретения

1. *Сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения на базе кристаллов (Li,Na)F, содержащий приповерхностный сцинтилляционный слой с центрами окраски, отличающийся тем, что сцинтилляционный слой выполнен в виде дискретных сцинтилляционных ячеек размерами от 6 мкм и выше, оптически разделенных между собой металлической сеткой с размерами, соответствующими размерам ячеек, и расположенной на глубине единиц микрон в кристалле.*

2. *Сцинтиллятор для визуализации рентгеновского излучения по п. 1, отличающийся тем, что металлическая сетка выполнена из радиационно-стойких материалов, например, тантала, циркония, ниобия.*

## Патент 2262722 РФ СВЕТОВОЛОКОННЫЙ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР

Код(ы) МПК

G01T 5/08

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2262722 РФ. Световолоконный сцинтилляционный детектор / Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов, Т. С. Королева, С. Pedrini, B. Hautefeuille, O. Tillement, K. Lebbou, J.-M. Fourmigue. Заявл. 29.01.2004; опубл. 20.10.2005. Бюл. № 29.

### Реферат

Предложен световолоконный сцинтилляционный детектор, содержащий блок регистрации рентгеновского и ядерных излучений в виде сборки волокон и фотоприемное устройство, находящиеся в оптическом контакте друг с другом. Детектор предназначен для визуализации траектории и пространственного распределения высокоэнергетических частиц, и может быть использован для фундаментальных исследований и экспериментов в области физики высоких энергий на высокоэнергетических ускорительных установках, в дозиметрической практике в системах радиационного мониторинга, особо в интроскопах медицинского назначения (томография, рентгенография, сцинтиграфия), а также в рентгеновских системах неразрушающего радиационного контроля изделий автомобилестроения, кораблестроения, самолетостроения и ответственных элементов атомной и космической техники.

Суть изобретения заключается в том, что волокна, входящие в блок регистрации, представляют собой сцинтилляционные волоконные кристаллы  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO) одинаковой длины с диаметром от 0,05 мм и более. При попадании рентгеновского или ядерного излучений на торцевую часть волокон блока регистрации на последних формируется визуальная картина треков частиц или пространственного распределения излучения с разрешением, соответствующим диаметру используемых волокон. Это изображение передается по волокнам BGO в фотоприемное устройство, где и осуществляется регистрация визуальной картины.

## Описание изобретения

Изобретение относится к сцинтилляционным детекторам ядерного излучения со светопроводящими волоконными сцинтилляторами, предназначенными для визуализации траектории и пространственного распределения высокоэнергетических частиц, и может быть использовано для фундаментальных исследований и экспериментов в области физики высоких энергий на высокоэнергетических ускорительных установках, в дозиметрической практике в системах радиационного мониторинга, особо в интроскопах медицинского назначения (томография, рентгенография, сцинтиграфия), а также в рентгеновских системах неразрушающего радиационного контроля изделий автомобилестроения, кораблестроения, самолетостроения и ответственных элементов атомной и космической техники.

Известен световолоконный детектор, включающий в себя волоконно-оптический сцинтилляционный датчик (*Акимов Ю. К.* Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / *Ю. К. Акимов.* М.: МГУ, 1963. 151 с.), чувствительный элемент которого содержит нити из пластикового сцинтиллятора диаметром 1 мм, заполняющие люцитовый каркас размером  $100 \times 100 \times 100 \text{ мм}^3$ . Такой световолоконный детектор из-за низкого эффективного атомного номера ( $Z_{\text{эф}} < 6$ ) имеет низкую чувствительность к рентгеновскому, гамма- и другим видам ядерного излучения. В связи с этим использование известного световолоконного детектора в медицинских и промышленных детекторных системах неразрушающего контроля представляется нецелесообразным.

Известны световолоконные детекторы рентгеновского и гамма-излучения на основе кварцевых волокон (*Dianov E. M.* [et al.]. Electronics letters. 1995. Vol. 31, № 17. P. 1490–1491; *Dianov E. M.* [et al.]. Electronics letters. 1999. Vol. 35, № 2. P. 170–171) и на основе волокон KU или KS-4V (*Tomashuk A. L.* [et al.]. // IEEE Transaction on Nuclear Science. 1998. Vol. 45, № 3, part 3. P. 1576–1579). Однако они являются детекторами интегрального абсорбционного типа и пригодны только для измерения дозы рентгеновского и гамма-излучения по интенсивности наведенных излучением полос в спектрах поглощения волокон. Причем они чувствительны только к высоким дозам излучения из-за низкого эффективного атомного номера (от десятков грей до мегагрей) и совершенно непригодны для работы

в режиме реального (online) времени. Они не пригодны для получения и обработки информации, а тем более для передачи результатов визуализации изображения в медицинских и промышленных томографах.

Известен световолоконный сцинтилляционный детектор гамма- и рентгеновского излучения на основе йодида натрия по Пат. 4586785 США. Недостатком такого сцинтилляционного детектора является его высокая гигроскопичность, что повышает требования к герметизации устройства, усложняет его конструкцию и требует специальных приспособлений для обеспечения стойкости детектора к удару. Кроме того, известный световолоконный сцинтилляционный детектор имеет недостаточно высокий эффективный атомный номер ( $Z_{эф} = 50$ ).

Известен кристаллический сцинтиллятор ЛИЯ-2 на основе галогенидов серебра (Пат. 2066464 РФ). Однако он имеет недостаточно высокий эффективный атомный номер ( $Z_{эф} = 42,7-42,8$ ) и, соответственно, невысокую чувствительность к рентгеновскому, гамма- и другим видам ядерного излучения.

Известен световолоконный детектор (Свид-во Роспатента от 16.02.1996 № 1756 на полезную модель «Волоконно-оптический трековый детектор») из набора сцинтилляционных волокон на основе галогенидов серебра. Однако он имеет недостаточно высокий эффективный атомный номер ( $Z_{эф} = 42,7-42,8$ ) и, следовательно, невысокую чувствительность к рентгеновскому, гамма- и другим видам ядерного излучения.

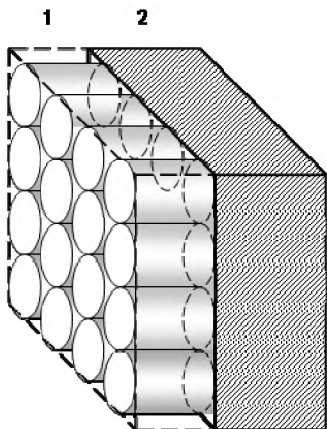
Известны световолоконные детекторы (калориметры), представляющие собой сцинтилляционные волокна, включенные в свинцовую матрицу с раздельным считыванием отдельных сцинтилляционных волокон (Lateral Shower Profiles in a Lead Scintillating – Fiber Calorimeter / D. Acosta [et al.]. NIM. 1992. Vol. A316. P. 184.). Однако используемые в световолоконном сцинтилляционном детекторе волокна изготовлены из органического материала, поэтому имеют низкий эффективный атомный номер и, соответственно, низкую эффективность регистрации рентгеновского, гамма- и других видов ядерного излучения. Их применение в промышленных томографах или интроскопах ограничено из-за низкой эффективности регистрации излучения и их низкой температуры плавления, и соответственно, низкой температурной устойчивости при эксплуатации.

Известен сцинтилляционный световод (Пат. 2154290 РФ). Световод используют для обнаружения и измерения ионизирующего излучения (рентгеновского, гамма-, альфа- и электронного). Состав сцинтилляционного световода – твердые растворы на основе галогенидов серебра, мас. %: AgCl 17,980–27,000; AgBr 82,000–72,499; AgI 0,010–0,500, которые активированы добавками либо таллия, либо хрома, либо европия, либо церия в количестве 0,01–0,001 мас. %. Однако известный сцинтилляционный световод имеет недостаточно высокий эффективный атомный номер ( $Z_{эф} = 42,7\text{--}42,8$ ) и, следовательно, невысокую чувствительность к рентгеновскому, гамма- и другим видам ядерного излучения.

Наиболее близким к заявляемому детектору является световолоконный сцинтилляционный детектор (*Salomon M. New Measurements of Scintillating Fibers Coupled to Multianode Photomultipliers / M. Salomon. IEEE Trans. Nucl. Sci. 1992. Vol. 39. P. 671*). Такой детектор содержит блок регистрации в виде сборки органических сцинтилляционных волокон (до нескольких тысяч волокон) и фотоприемное устройство. Известное устройство используется для регистрации треков быстрых заряженных частиц в калориметрах различного типа. Однако известный световолоконный сцинтилляционный детектор, содержащий блоки сцинтилляционных волокон из органических материалов, имеет низкий эффективный атомный номер и, соответственно, невысокую эффективность регистрации рентгеновского, гамма- и других видов ядерного излучения. Дополнительным недостатком известного сцинтилляционного детектора при его использовании в промышленных системах неразрушающего контроля является низкая термическая устойчивость органических блоков сцинтилляционных волокон.

Заявляемое устройство (фиг. 1) – световолоконный сцинтилляционный детектор – содержит блок регистрации рентгеновского и ядерных излучений 1 и фотоприемное устройство 2, помещенные в единый корпус. Между блоком регистрации 1 и фотоприемным устройством 2 имеется оптический контакт. Блок регистрации 1 представляет собой сборку из сцинтилляционных волоконных кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO) одинаковой длины с диаметром от 0,05 мм и более. При попадании рентгеновского или ядерного излучений на входную часть (торцевую часть волокон) блока регистрации на последнем формируется визуальная картина треков частиц или

пространственного распределения этого излучения с разрешением, соответствующим диаметру используемых волокон. Максимум свечения кристаллов BGO наблюдается в спектральной области 480–520 нм, длительность люминесценции – 300 нс. Люминесцентные вспышки волокон передаются по ним в фоторегистрирующее устройство, например, фотодиодную матрицу, CCD-камеру, микроканальную пластину, многоканальный фотоэлектронный умножитель и т. д. Пространственное разрешение фоторегистрирующего устройства должно быть сравнимо с пространственным разрешением блока регистрации.



Фиг. 1. Световолоконный сцинтилляционный детектор

### Формула изобретения

*Световолоконный сцинтилляционный детектор, содержащий блок регистрации рентгеновского и ядерных излучений в виде сборки сцинтилляционных волокон и фотоприемное устройство, находящиеся друг с другом в оптическом контакте, отличающийся тем, что волокна, входящие в блок регистрации, выполнены из волоконных кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO) одинаковой длины с диаметром от 0,05 мм и более.*



## Патент 2264634 РФ ШИХТА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОЛЮМИНОФОРА

Код(ы) МПК

G01T 1/11

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2264634 РФ. Шихта для получения термолюминофора / Б. В. Шульгин, Т. С. Королева, А. Н. Черепанов, М. М. Кидибаяв. Заявл. 23.03.2004; опубл. 20.11.2005. Бюл. № 32.

### Реферат

**Использование:** для получения термолюминофора, предназначенного для низкотемпературной дозиметрии заряженных частиц, в частности, электронных пучков и пучков ионов водорода или гелия, включая космические пучки, а также для дозиметрии рентгеновского и гамма-излучения, особо для случаев низкотемпературной дозиметрии при определении дозозатрат элементов и устройств, изготовленных на основе высокотемпературных сверхпроводников, работающих в полях ионизирующих излучений, в том числе, в установках термоядерного синтеза, и при контроле дозозатрат элементов и устройств космического базирования, в частности дозозатрат солнечных батарей космического развертывания от действия космических лучей.

**Сущность:** шихта содержит фторид натрия, углекислый натрий и хлористый скандий при следующем соотношении компонентов, мол. %: хлористый кадмий 0,1–0,6; углекислый натрий 0,003–0,01; фторид натрия – остальное.

**Технический результат:** повышение чувствительности термолюминофора в области низких рабочих температур (30–80 К) и уменьшение энергозатрат для считывания дозиметрической информации.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области низкотемпературной дозиметрии заряженных частиц, в частности, электронных пучков и пучков ионов водорода и гелия, включая космические пучки, а так же дозиметрии рентгеновского и гамма-излучения, особо для случаев низкотемпературной дози-

метрии при определении дозозатрат элементов и устройств, изготовленных на основе высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП), работающих в полях ионизирующих излучений, в том числе, в установках термоядерного синтеза, и при контроле дозозатрат элементов и устройств космического базирования, в частности, дозозатрат солнечных батарей космического развертывания от действия космических лучей.

Известна шихта для получения термолюминофора на основе фтористого кальция (*Иванов В. И. Курс дозиметрии / В. И. Иванов. М.: Атомиздат, 1970. 392 с.*), для которого кривые высвечивания имеют три главных максимума при 70–100, 150–190 и 250–300 °С. Термолюминофор, получаемый из известной шихты, пригоден для регистрации экспозиционных доз рентгеновского и гамма-излучения от 1 мР до 5000 Р с погрешностью  $\pm 2\%$ . Однако рабочая температура дозиметрических измерений с использованием термолюминофора, получаемого из шихты на основе фтористого кальция, т. е. температура облучения этого термолюминофора высокая, она равна 20 °С (293 К), следовательно, термолюминофор, получаемый из известной шихты, непригоден для низкотемпературной (< 80 К) дозиметрии. О возможности применения известного термолюминофора для дозиметрии пучков заряженных частиц информации нет.

Известна шихта для получения термолюминофора на основе фторида кальция, активированного марганцем (*Иванов В. И. Курс дозиметрии / В. И. Иванов. М.: Атомиздат, 1970. 392 с.*). Получаемый из такой шихты термолюминофор имеет максимум термовысвечивания при 260 °С (533 К). Спектр свечения имеет максимум при 500 нм. Однако получаемый из известной шихты термолюминофор  $\text{CaF}_2:\text{Mn}$  используется для персональной дозиметрии, осуществляемой при комнатной рабочей температуре облучения. Его нецелесообразно использовать при низких (< 80 К) рабочих температурах облучения, он практически непригоден для низкотемпературной дозиметрии. О возможности применения известного термолюминофора  $\text{CaF}_2:\text{Mn}$  для дозиметрии пучков заряженных частиц информации нет.

Известна шихта для получения термолюминофора  $\text{CaSO}_4:\text{Mn}$ , который имеет простую кривую термовысвечивания с одним максимумом при 80–100 °С (*Иванов В. И. Курс дозиметрии / В. И. Иванов. М.: Атомиздат, 1970. 392 с.*). Диапазон измеряемых поглощенных доз рентгеновского

и гамма-излучения – до  $10^2$  Гр. Однако получаемый из известной шихты термолюминофор имеет комнатную рабочую температуру облучения, его нецелесообразно использовать при низких ( $< 80$  К) рабочих температурах облучения. Получаемый из известной шихты термолюминофор непригоден для низкотемпературной дозиметрии. О возможности применения известного термолюминофора для дозиметрии пучков заряженных частиц информации нет.

Известна шихта для получения термолюминофора, пригодного для дозиметрии рентгеновского и гамма-излучения, на основе  $\text{LiF:Na}$  (*Непомнящих А. И.* Центры окраски и люминесценция кристаллов  $\text{LiF}$  / *А. И. Непомнящих, Е. А. Раджабов, А. В. Егранов.* Новосибирск: Наука, 1984. 112 с.), который имеет низкотемпературный пик при 107–115 К, обусловленный разрушением  $\text{H}_A(\text{Na})$ -центров окраски. Эти центры окраски наблюдаются также в кристаллах  $\text{LiF:Mg,Na}$  и не образуются в чистых кристаллах  $\text{LiF}$  и в кристаллах, легированных магнием  $\text{LiF:Mn}$ , что доказывает их связь с примесью натрия во фториде лития. Однако рабочий термопик расположен при недостаточно низкой температуре, интенсивность пика термолюминесценции при 107–115 К и, соответственно, чувствительность вышеназванных термолюминофоров, получаемых из известной шихты, при низкотемпературных дозиметрических измерениях невелика. О возможности применения известного термолюминофора для дозиметрии пучков заряженных частиц информации нет.

Известна также шихта для получения термолюминофора на основе  $\text{LiF:Mg,Ti}$  (ДТГ-4) (*Непомнящих А. И.* Центры окраски и люминесценция кристаллов  $\text{LiF}$  / *А. И. Непомнящих, Е. А. Раджабов, А. В. Егранов.* Новосибирск: Наука, 1984. 112 с.), пригодная для дозиметрии рентгеновского и гамма-излучения. Такой термолюминофор имеет низкотемпературный пик термолюминесценции при 140 К. Однако рабочий пик термолюминофора расположен при недостаточно низкой температуре, требуемой для решения задач низкотемпературной дозиметрии. О возможности применения известного термолюминофора для дозиметрии пучков заряженных частиц информации нет.

Известна шихта для получения термолюминофора на основе фторида лития  $\text{LiF:Mg}$  (ТЛД-100) (*Cooke D. W., Rhodes J. F. // J. Appl. Phys. 1981.*

Vol. 52, № 6. P. 4244–4247), который имеет низкотемпературные пики термолюминесценции при 20, 40, 60 и 138 К. Однако интенсивность этих низкотемпературных пиков невысока, их использование неэффективно для низкотемпературной дозиметрии, поскольку основным рабочим пиком термолюминофора ТЛД-100 является высокотемпературный пик при 385 К. О возможности применения известного термолюминофора для дозиметрии пучков заряженных частиц информации нет.

Наиболее близкой по составу к заявляемой является шихта для получения рабочих веществ для детектирования излучения на основе фторида натрия, имеющая состав, мол. %: фторид натрия – 0,99; фторид скандия – 0,01 (Эволюция агрегатных центров свечения кристаллов (Li,Na)F под действием радиации / А. Н. Черепанов [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ–УПИ, 2003. Вып. 12. С. 27–38). Получаемые из известной шихты радиационно-чувствительные рабочие вещества обладают под действием пучков ионов гелия  $\text{He}^+$  (энергия 3,0 МэВ, ток пучка 7 мкА) яркой ионOLUMИнесценцией с максимумами свечения в областях 415 и 600 нм. Этот состав  $\text{NaF:0,1 \% Sc}$  известен в качестве детектора электронных и ионных пучков с обычной и фотодиодной регистрацией. Однако сведений о возможном применении известной шихты для получения термолюминофора, пригодного для низкотемпературной дозиметрии, не имеется, какие-либо сведения о низкотемпературных пиках термостимулированной люминесценции этого состава отсутствуют.

Общим для всех известных аналогов и прототипа является то, что приготовленные из известных шихт термолюминофоры (включая эталонные ТЛД-100 и ДТГ-4), даже обладая достаточно интенсивными пиками ТСЛ, либо не имеют низкотемпературных термопиков ( $< 80 \text{ K}$ ), либо имеют (например, ТЛД-100), но с очень низкой интенсивностью. Термопики при 107–115, 125, 138–140 или 200–205 К не являются низкотемпературными, что требует увеличения времени и энергозатрат для разогрева термолюминофоров от рабочей температуры (78 К или более низкой, температуры соответствующей режиму их базирования в космическом пространстве) до температуры съема дозиметрической информации. Для известных термолюминофоров температура съема дозиметрической информации должна

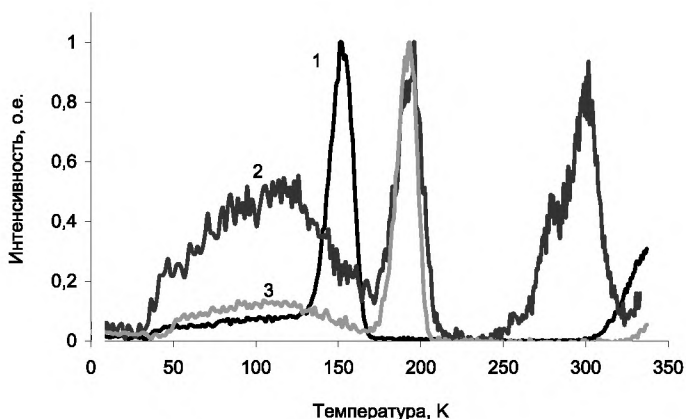
быть хотя бы на 10 К выше температуры рабочего термопика, т. е. более 120 К, что создает проблемы, связанные с возможным (из-за высоких температур разогрева) нарушением функционирования ВТСП устройств, если термоллюминофоры как детекторы сопровождения расположены в непосредственной близости от них.

Предлагаемая шихта для получения термоллюминофора решает эти проблемы, поскольку получаемые из нее термоллюминофоры имеют низкотемпературные термопики. В предлагаемую шихту на основе фторида натрия, содержащую хлористый скандий, дополнительно вводят углекислый натрий, так что шихта имеет состав, мол. %: хлористый скандий 0,1–0,6; углекислый натрий 0,003–0,01; фторид натрия – остальное.

Получаемый из предложенной шихты термоллюминофор после облучения пучками ионов гелия или водорода до флюенсов  $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ , а также после облучения рентгеновским или гамма-излучением или после облучения импульсным электронным пучком до доз  $10^3$  Гр обладает достаточно интенсивным низкотемпературным термовысвечиванием в области 30–150 К с максимумами при ~50 и 80 К. Имеется также более высокотемпературный пик ТСЛ при 190 К, который при низкотемпературной дозиметрии не является рабочим термопиком. Кривые ТСЛ термоллюминофора, полученного из предлагаемой шихты, приведены на фиг. 1, кривая 1 в сравнении с кривыми ТСЛ для других составов  $\text{NaF}:(\text{U}, 0,01 \text{ \% Cu})$  (флюенс до  $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ), кривая 2, и  $\text{LiF}:0,1 \text{ \% Zn}$  (флюенс до  $2,5 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ ), кривая 3, у которых интенсивность ТСЛ в области 30–100 К в 3–6 раз ниже.

Спектр ионоллюминесценции полученного термоллюминофора имеет два характерных максимума: максимум при 400–415 нм (обусловлен электронно-дырочными дефектами решетки) и 600 нм (обусловлен примесью Sc) и слабый максимум при 650–660 нм (полоса свечения  $\text{F}_2$ -центров окраски, обнаруживаемая при разложении спектра ТСЛ на составляющие). Такая особенность спектра свечения представляется уникальной. Она позволяет использовать для считывания дозиметрической информации как фотоприемники (фотоэлектронные умножители – ФЭУ) на сурьмяно-цезиевой основе с максимумом чувствительности в области 400–420 нм (почти стопроцентное совпадение с положением первого максимума свечения), так и на основе мультищелочных фотоприемников с максимальной чувстви-

тельностью в области 500–600 нм. Наличие полос свечения с максимумами в красной области спектра 600 и 650 нм, неплохо согласующихся с областью чувствительности фотодиодов, позволяет на базе предлагаемой шихты и получаемых из нее термолюминофоров изготавливать компактные ТЛД-детекторы с фотодиодной (PIN-структуры) регистрацией.



Фиг. 1. Кривые ТСЛ различных термолюминофоров:  
 1 – термолюминофор, полученный из предлагаемой шихты;  
 2 –  $\text{NaF}:(\text{U}, 0,01\% \text{ Cu})$  (флюенс до  $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ );  
 3 –  $\text{LiF}:0,1\% \text{ Zn}$  (флюенс до  $2,5 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ )

Рабочая температура предлагаемого термолюминофора не превышает 78–80 К, что соответствует температуре функционирования высокотемпературных сверхпроводников, а также элементов и устройств на их основе. Требуемые энергозатраты для получения дозиметрической информации путем термонагрева предлагаемого термолюминофора в 1,5–2 раза меньше, чем для всех известных аналогов, включая прототип.

*Пример 1.* Из шихты, состоящей из фторида натрия с добавкой 0,3 % хлористого скандия и 0,005 % углекислого натрия (все реактивы марки «ОСЧ»), выращивают методом Киропулоса на воздухе в платиновом тигле кристалл термолюминофора и охлаждают до комнатной температуры вместе с печью. Из полученной кристаллической були выкалывают образцы

термолуминофора размерами  $5 \times 5 \times 1 \text{ мм}^3$ . Образцы, полученные путем выкалывания из були, отжигаются при температуре  $200^\circ\text{C}$ . После отжига один из образцов помещают в специальную камеру с криостатом, охлаждают до температуры, близкой к температуре жидкого гелия, облучают с помощью рентгеновской установки (W-антикатод, 55 кВ, ток 12 мА) до доз 0,1–10 Гр или облучают пучком ионов  $\text{He}^+$  (3 МэВ) до флюенса  $5 \cdot 10^{12}$ – $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ . При нагревании облученного образца с постоянной скоростью  $1,0 \text{ K} \cdot \text{с}^{-1}$  зарегистрирована кривая термолуминесценции с широким термопиком в области 30–150 К с максимумами при 50 и 80 К, фиг. 1. Как видно из фиг. 1, интенсивность термовысвечивания в области 50–100 К в десятки раз превышает такую для всех аналогов, включая ТЛД-100 (у многих аналогов термопиков в этой области вообще не наблюдается), она достаточна для регистрации доз электронного, рентгеновского и гамма-излучения на уровне 0,01 Гр и выше, а при регистрации пучков ионов достаточна для регистрации флюенсов на уровне  $5 \cdot 10^{12}$ – $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ .

Если принять, что рабочей температурой облучения должна быть 15–30 К (космос) или 78 К, то в сравнении с аналогами, требующими нагрева до 125, 205 или даже 400 К, термолуминофор, получаемый из предлагаемой шихты, требующий нагрева лишь до 80–90 К, характеризуется гораздо меньшим временем съема дозиметрической информации. Например, при скорости нагрева  $1,0 \text{ K} \cdot \text{с}^{-1}$  от 30 К аналоги требуют  $(125-30)/1,0 = 95 \text{ с}$  или  $(205-30)/1,0 = 175 \text{ с}$ , тогда как предлагаемая шихта обеспечивает время обработки информации  $(40-80-30)/1,0 = 10-50 \text{ с}$ , т. е. на полпорядка–порядок меньше, соответственно, требуемые энергозатраты будут на полпорядка–порядок меньше.

*Пример 2.* Из шихты, состоящей из фторида натрия с добавкой 0,1 % хлористого скандия и 0,003 % углекислого натрия (все реактивы марки «ОСЧ»), выращивают методом Киропулоса на воздухе в платиновом тигле кристалл термолуминофора и охлаждают до комнатной температуры вместе с печью. Из полученной кристаллической були получают образцы путем выкалывания. Образцы имеют размеры  $5 \times 5 \times 1 \text{ мм}^3$ . Затем образцы, полученные путем выкалывания из були, отжигают при температуре  $200^\circ\text{C}$ . После отжига один из образцов помещают в специальную камеру с криостатом, охлаждают до температуры, близкой к температуре жидкого гелия,

облучают с помощью рентгеновской установки (W-антикатод, 55 кВ, ток 12 мА) до доз 0,1–10 Гр или облучают пучком ионов  $\text{He}^+$  (3 МэВ) до флюенса  $5 \cdot 10^{12}$ – $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ . При нагревании облученного образца с постоянной скоростью  $1,0 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$  зарегистрирована кривая термовысвечивания с широким термопиком в области 30–150 К с максимумами при 50 и 80 К, однако по сравнению с примером 1 интенсивность термовысвечивания в области 50–100 К снизилась на 8–10 %, а интенсивность более высокотемпературного пика ТСЛ выросла на 5 %. Получаемый из предлагаемой шихты термолуминофор обладает такими же короткими временами съема (несколько секунд) дозиметрической информации, как и в примере 1, хотя и при меньшей (на 8–10 %) чувствительности.

*Пример 3.* Из шихты, состоящей из фторида натрия с добавками 0,6 % хлористого скандия и 0,01 % углекислого натрия (все реактивы марки «ОСЧ»), выращивают методом Киропулоса на воздухе в платиновом тигле кристалл термолуминофора и охлаждают до комнатной температуры вместе с печью. Из полученной кристаллической були получают образцы путем выкалывания из выращенной були. Образцы имеют размеры  $5 \times 5 \times 1 \text{ мм}^3$ . Затем образцы отжигаются при температуре  $200^\circ\text{C}$ . Далее один из образцов помещают в специальную камеру с криостатом, охлаждают до температуры, близкой к температуре жидкого гелия, облучают с помощью рентгеновской установки (W-антикатод, 55 кВ, ток 12 мА) до доз 0,1–10 Гр или облучают пучком ионов  $\text{He}^+$  (3 МэВ) до флюенса  $5 \cdot 10^{12}$ – $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ . При нагревании облученного образца с постоянной скоростью  $1,0 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$  зарегистрирована кривая термовысвечивания с широким термопиком в области 30–150 К с максимумами при 50 и 80 К, однако при этом происходит перераспределение запасенной светосуммы в пользу более высокотемпературных светопиков 125 и 190 К, так что интенсивность термовысвечивания в области 50–100 К снизилась на 7–8 %. Получаемый из предлагаемой шихты термолуминофор обладает такими же быстрыми временами съема дозиметрической информации, как и в примере 1, хотя и при меньшей (на 7–8 %) чувствительности.

Свойства других термолуминофоров, полученных из шихты с граничными концентрациями углекислого натрия ниже 0,003 мол. % или выше 0,01 мол. %, а хлористого скандия ниже 0,1 мол. % или выше 0,6 мол. %,



уступают свойствам термолюминофоров, полученных из предлагаемой шихты. Так, повышенное содержание углекислого натрия в шихте (например, 0,025 мол. %), обеспечивающего формирование кислородосодержащих центров захвата, и приводит к значительному (до 30 %) снижению интенсивности низкотемпературных пиков ТСЛ в области 30–120 К и, соответственно, к увеличению погрешности измерений. Пониженное содержание углекислого натрия (например, 0,001 мол. %) также приводит к снижению интенсивности рабочего пика в области 30–120 К из-за снижения концентрации сложных кислородосодержащих центров свечения, оказывающих существенное влияние на выход ТСЛ.

При пониженном (< 0,1 мол. %) или повышенном (> 0,6 мол. %) содержании хлорида скандия в шихте интенсивность низкотемпературных термопиков уменьшается на 15–35 %, что не позволяет проводить низкотемпературные измерения дозы электронного или гамма-излучения или флюенса заряженных частиц (гелия или водорода) с достаточно высокой чувствительностью.

Дополнительным преимуществом получаемого из предлагаемой шихты термолюминофора является его повышенная эффективность регистрации бета-излучения и электронных пучков из-за невысокого эффективного атомного номера  $Z_{эф} = 10,2$  и, соответственно, из-за пониженных значений альбедо.

Достоинством предлагаемой шихты для получения термолюминофора является наличие достаточно интенсивного низкотемпературного пика ТСЛ при 30–80 К. Такие термолюминофоры можно использовать в качестве детекторов сопровождения устройств на базе высокотемпературных сверхпроводников, работающих при температуре жидкого азота в полях ионизирующих излучений для определения дозозатрат от гамма- и электронного излучения, а также ионных пучков.

### **Формула изобретения**

*Шихта для получения термолюминофора, содержащая фторид натрия и скандий, отличающаяся тем, что она содержит скандий в виде хлорида скандия и дополнительно содержит углекислый натрий при следующем соотношении компонентов, мол. %: хлористый скандий 0,1–0,6; углекислый натрий 0,003–0,01; фторид натрия – остальное.*

**Патент 2269802 РФ**  
**СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ**  
**ИНФРАКРАСНОГО СВЕТОФИЛЬТРА**

Код(ы) МПК

G01T 1/00, 3/00 F21V 9/04

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2269802 РФ. Способ изготовления инфракрасного светофильтра / В. Ю. Иванов, Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, Т. С. Королева, Е. Г. Голиков, А. В. Кружалов, Ф. Г. Нешов, В. Л. Петров. Заявл. 28.07.2004; опубл. 10.02.2006. Бюл. № 4.

**Реферат**

Предложен способ изготовления инфракрасного светофильтра отрезающего и полосового типа, поглощающего видимое излучение и пропускающего коротковолновое и длинноволновое ближнее инфракрасное излучение и предназначенного для защиты инфракрасных датчиков видеоконтрольных устройств и приборов ночного видения от паразитных помех, вызываемых излучением видимого диапазона, а также для использования в спектральных системах контроля подлинности документов, в охранных телевизионных системах, системах охранной и пожарной сигнализации, в том числе в системах контроля и разграничения доступа и охраны периметра объектов, видеодомофонах, видеоглазках и тому подобных устройствах.

Суть изобретения заключается в том, что светофильтр получают путем облучения приповерхностного слоя кристалла фторида натрия при комнатной температуре пучком ионов гелия с энергией 1,5–4,6 МэВ до флюенса (дозы)  $1,2 \cdot 10^{16}$ – $3 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>, что приводит к эффективному накоплению в приповерхностном слое определенной концентрации центров окраски и делает кристалл NaF непрозрачным для видимого света, но прозрачным в ближнем инфракрасном диапазоне длин волн 0,8–12 мкм. Предлагаемый способ включает в себя не только режим облучения поверхности одной рабочей грани кристалла, но и режим последовательного облучения вначале рабочей грани кристалла, а затем противоположной ей грани до флюенса  $(1,2\text{--}3,0) \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> на каждую грань. Это обеспечивает повышенную способность и надежность светофильтров поглощать из-

лучение видимого диапазона даже при механическом нарушении приповерхностного, модифицированного излучением слоя рабочей грани кристалла.

### **Описание изобретения**

Изобретение относится к области светотехники и интегральной оптики, связанной с созданием инфракрасных светофильтров отрезающего и полосового типа, поглощающих видимое излучение и пропускающих коротковолновое и длинноволновое ближнее инфракрасное излучение и предназначенных для защиты инфракрасных датчиков видеоконтрольных устройств и приборов ночного видения от паразитных помех вследствие излучения видимого диапазона, а также для использования в спектральных системах контроля подлинности документов, в охранных телевизионных системах, системах охранной и пожарной сигнализации, в том числе в системах контроля и разграничения доступа и охраны периметра объектов, видеодомофонах, видеоглазках и тому подобных устройствах.

Известен способ изготовления инфракрасного (ИК) светофильтра на основе целлюлозы (Пат. 2418605 США). Известный способ получения ИК-светофильтра на основе целлюлозы заключается в добавлении в целлюлозу органических кубовых красителей. Недостатком известного способа является то, что получаемые по такому способу ИК-светофильтры имеют большие потери полезного длинноволнового ближнего ИК-излучения в области 3–12 мкм, что резко снижает чувствительность видеоконтрольных ИК-устройств на основе кремния в активной части их рабочего ИК-диапазона.

Известен способ изготовления ИК-светофильтра (Пат. 2579513 США), заключающийся во введении органических красителей в резину и нанесении резинового покрытия с органическими красителями на стеклянную подложку. Недостатком известного способа является то, что получаемые по такому способу ИК-светофильтры обладают потерями полезного длинноволнового излучения ближнего (3–12 мкм) ИК-диапазона, являющегося частью активного рабочего ИК-диапазона видеоконтрольных устройств.

Известен способ изготовления ИК-светофильтра (Пат. 3279938 США), заключающийся в нанесении триселенида сурьмы на

прозрачную подложку. Однако сурьмяноселенидные светофильтры выделяют вредные продукты разложения при воздействии света и нагревании.

Известен способ изготовления ИК-светофильтра (Advanced illumination system, USA, Xerox Comp., 1970) на основе многослойных и диэлектрических покрытий на стеклянной подложке. Однако покрытия, получаемые по такому способу сложны в изготовлении.

Известен способ получения ИК-светофильтров на основе полистирола или полиметилметакрилата (Лаборатория физики полимеров Санкт-Петербургского технологического института (технического университета), интернет-сайт [www.eroxu.newmail.ru](http://www.eroxu.newmail.ru)) в виде пластин окрашенных органических стекол с глянцевым (полированными) или шероховатыми (матовыми) поверхностями путем заливки в соответствующие формы оптически прозрачных эпоксидных композиций с внедренными органическими красителями и последующего отверждения с границей пропускания 0,66–0,75 мкм. Однако получаемые по такому способу ИК-светофильтры имеют большие потери полезного длинноволнового ИК-излучения в области 3–12 мкм, что резко снижает чувствительность видеоконтрольных ИК-устройств на основе кремния в активной части их рабочего ИК-диапазона.

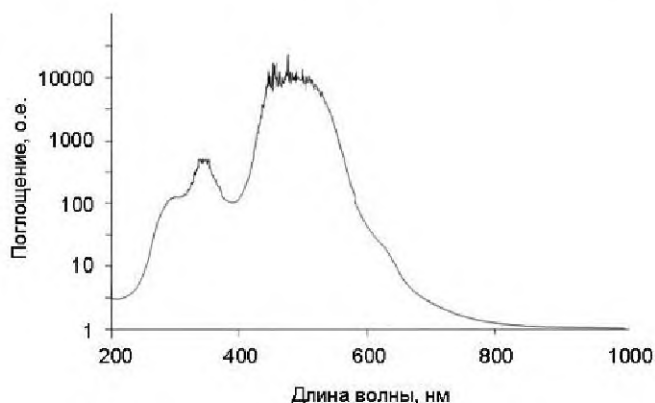
Наиболее близким к заявляемому является известный способ радиационно-лучевого окрашивания кристаллов LiF:U,Me и NaF:U,Me (*Кудибаев М. М. Радиационно-стимулированные процессы в кристаллах (Li,Na)F:U,Me / М. М. Кудибаев. Каракол; Екатеринбург. Иссык-Кульский государственный университет, 1999. 220 с.*) путем облучения их пучками ионов He<sup>+</sup> с энергией 1,5–4,6 МэВ плотностью потока  $5 \cdot 10^{12}$ – $5 \cdot 10^{13}$  ион/см<sup>2</sup> и флюенсом  $10^{13}$ – $10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>, или импульсными пучками электронов с энергией 0,3 МэВ, током 0,8–10 кА, длительностью импульса 2 нс, или гамма-излучением <sup>60</sup>Со в течение 57 суток с дозой  $2,58 \cdot 10^5$  Кл/кг. Оптическая плотность центров окраски составляла ~ 1000 см<sup>-1</sup>. Этот известный способ окрашивания является основным способом изготовления лазерных элементов на центрах окраски в кристаллах LiF и NaF с полосами поглощения в области 442 нм (F<sub>2</sub>-центры в LiF) и 518–520 нм (F<sub>3</sub><sup>+</sup>-центры в NaF) для миниатюрных лазеров и однокристалльных многолучевых лазеров. Однако известный способ окрашивания кристаллов LiF и NaF и получения лазерных элементов на их основе путем их радиационной модифи-

кации с помощью ионных или электронных пучков или с помощью гамма-излучения не применялся для получения ИК-светофильтров отрезающего и полосового типа, поскольку концентрация центров окраски при используемых дозах (флюенсах) облучения невысока. Получение лазерного элемента на центрах окраски кристалла NaF и получение полосового светофильтра на основе кристалла NaF с центрами окраски – разные задачи. Лазерный элемент на центрах окраски должен быть прозрачен для собственного когерентного излучения, т. е. концентрация центров окраски не должна превышать определенной величины. Светофильтр, отсекающий видимое излучение, напротив, должен иметь максимально достижимую концентрацию центров окраски в приповерхностном облученном слое, который должен играть роль слоя, полностью поглощающего видимое излучение в области 400–750 нм. Очевидно, что для изготовления светофильтра требуются гораздо более высокие дозы облучения.

Предлагаемое изобретение связано с разработкой способа изготовления инфракрасного светофильтра на основе монокристалла фторида натрия путем радиационной модификации его приповерхностного слоя пучком ионов гелия, приводящей к интенсивному окрашиванию этого слоя в связи с созданием в нем высокой концентрации центров окраски, обеспечивающих поглощение излучения в видимом диапазоне спектра и сохранением прозрачности в ближнем ИК-диапазоне 0,8–12 мкм.

Сущность предлагаемого способа заключается в том, что радиационную модификацию приповерхностного слоя кристалла фторида натрия ведут при комнатной температуре с помощью пучка ионов гелия с энергией 1,5–4,6 МэВ до флюенса (дозы)  $1,2 \cdot 10^{16}$ – $3 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Радиационная обработка поверхности рабочей грани кристалла NaF ионами гелия приводит к эффективному накоплению в приповерхностном слое толщиной 5–10 мкм простых центров окраски (F-типа) и агрегатных электронных центров окраски F<sub>2</sub> и F<sub>3</sub><sup>+</sup> типа, поглощающих свет ближнего ультрафиолетового (от 250 нм и выше) и видимого диапазона (250–780 нм) в широких полосах при 310 нм (F-центр), при 442 нм (F<sub>2</sub>-центр) и при 518 нм (F<sub>3</sub><sup>+</sup>-центр), фиг. 12. По достижении флюенса  $1,2 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> концентрация центров окраски F<sub>2</sub> и F<sub>3</sub><sup>+</sup>-типа в приповерхностном слое толщиной 5–10 мкм возрастает в 10000 раз, что делает кристалл NaF непрозрачным для видимого

света как сине-голубого (420–500 нм), так и желто-оранжевого (550–590 нм) диапазонов. В ближнем инфракрасном диапазоне длин волн 0,8–12 мкм для кристалла NaF с модифицированной поверхностью поглощение излучения не наблюдалось. Предлагаемый способ включает в себя не только режим облучения поверхности одной рабочей грани кристалла, но и режим последовательного облучения вначале рабочей грани кристалла, а затем противоположной ей грани до флюенса  $(1,2-3,0) \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> на каждую грань. Это обеспечивает повышенную способность и надежность светофильтров поглощать излучение видимого диапазона даже при механическом нарушении приповерхностного модифицированного излучением слоя рабочей грани кристалла. Предлагаемый способ позволяет изготовить инфракрасный светофильтр, пропускающий излучение в рабочей области приборов ночного видения и видеоконтрольных устройств, – в области 0,8–12 мкм, и защищает эти приборы и устройства как от засветки за счет прямого действия солнца (желто-оранжевый диапазон спектра), так и от засветки вследствие релеевского рассеянного света голубого неба (диапазон 420–500 нм), что необходимо для снижения и устранения паразитных помех.



Фиг. 1. Спектр поглощения инфракрасного светофильтра, изготовленного по предлагаемому способу

Важной особенностью светофильтров, получаемых по предлагаемому способу, является возможность их эксплуатации в условиях низких тем-

ператур открытого космоса, поскольку центры окраски, обеспечивающие их работоспособность (поглощающие излучение видимого диапазона), устойчивы вплоть до температуры жидкого гелия (4,2 К). Другой важной особенностью светофильтров на основе облученных кристаллов NaF является их прозрачность не только в ИК-диапазоне, но и достаточно высокая прозрачность в вакуумном ультрафиолетовом (ВУФ) (120–200 нм) и ультрафиолетовом (УФ) диапазонах. Они пригодны для обеспечения функционирования видеоконтрольных устройств, осуществляющих наведение и слежение одновременно в ИК- и УФ- (ВУФ-) диапазонах.

Кроме вышеназванного, предлагаемый способ обеспечивает еще ряд дополнительных преимуществ. Получаемые по предлагаемому способу ИК-светофильтры негигроскопичны и химически инертны, они устойчивы в условиях морского тумана. Они также обладают повышенной радиационной стойкостью, поскольку именно радиация является необходимой «питательной» средой для создания центров окраски в кристаллах NaF, обеспечивающих их функциональные рабочие характеристики поглощения излучения в видимом диапазоне. ИК-светофильтры на основе кристаллов NaF, полученные по предлагаемому способу, устойчивы к радиационным ударам и долговременным радиационным воздействиям.

Дополнительным преимуществом предлагаемого изобретения является возможность выполнения получаемыми ИК-светофильтрами не только функции покрытие-фильтр (роль покрытия выполняет модифицированный приповерхностный слой, насыщенный агрегатными центрами окраски), но и функции линза-фильтр. Последнее достигается, если облучаемый ионами  $\text{He}^+$  кристалл фторида натрия изготавливают изначально в форме линзы.

*Пример 1.* Светофильтр на основе кристалла NaF, получаемый путем облучения одной из граней (рабочей грани) кристалла пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ до флюенса  $1,2 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Спектр поглощения светофильтра в диапазоне 200–1000 нм показан на фиг. 1. Светопоглощающий слой имеет толщину 5–7 мкм. Интенсивное поглощение излучения наблюдается в диапазоне длин волн 300–600 нм. Основной максимум поглощения приходится на область 450–550 нм. Начиная с 0,8 мкм поглощение вплоть до 12 мкм отсутствует.

*Пример 2.* Светофильтр на основе кристалла NaF, получаемый путем облучения одной из граней кристалла пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией 4,6 МэВ до флюенса  $3 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Светопоглощающий слой имеет толщину 8–10 мкм. Светофильтр прозрачен для ИК-излучения в диапазоне длин волн 0,8–12 мкм, в области длин 300–600 нм происходит практически полное поглощение излучения. Коэффициент поглощения не ниже  $10^4$ – $10^5$  см<sup>-1</sup>. Пропускается лишь слабая компонента красного излучения в области длин волн 650–750 нм. Свечение, соответствующее спектру солнца и спектру дневного неба, практически полностью поглощается.

*Пример 3.* Светофильтр на основе кристалла NaF, получаемый путем последовательного облучения вначале рабочей грани кристалла, а затем противоположной ей грани пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией 1,5 МэВ до флюенса  $2 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> для каждой грани. Светопоглощающий слой имеет толщину 5–8 мкм. Светофильтр прозрачен для ИК-излучения в диапазоне длин волн 0,8–12 мкм, в области длин 300–600 нм происходит практически полное поглощение излучения. Коэффициент поглощения  $2 \cdot 10^4$ – $10^5$  см<sup>-1</sup>. Пропускается лишь слабая компонента красного излучения в области длин волн 650–750 нм. Свечение, соответствующее спектру солнца и спектру дневного неба, практически полностью поглощается.

*Пример 4.* Светофильтр на основе кристалла NaF, получаемый путем облучения одной из граней кристалла пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией 3 МэВ до флюенса  $2 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>. Светопоглощающий слой имеет толщину 4–5 мкм. Светофильтр прозрачен для ИК-излучения в диапазоне длин волн 0,8–12 мкм. Наблюдается поглощение излучения видимого диапазона в области 300–600 нм, однако коэффициент поглощения невелик, он не превышает  $1000$  см<sup>-1</sup>, и функции полного поглощения видимого света не выполняются, т. е. видимый свет не отфильтровывается.

*Пример 5.* Светофильтр на основе кристалла NaF, получаемый путем облучения одной из граней кристалла пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией 4,6 МэВ до флюенса  $5,1 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Светопоглощающий слой имеет толщину 8–10 мкм. Светофильтр прозрачен для ИК-излучения в диапазоне длин волн 0,8–12 мкм, в области длин 300–600 нм происходит практически полное поглощение излучения. Коэффициент поглощения не ниже



$5 \cdot 10^4 - 10^5 \text{ см}^{-1}$ . Пропускается лишь слабая компонента красного излучения в области длин волн 650–750 нм. Свечение, соответствующее спектру солнца и спектру дневного неба, практически полностью поглощается. Особых преимуществ перед примером 2 этот пример не имеет. Однако время облучения в примере 5 возрастает в 1,7 раза, что ведет к неоправданному удорожанию изготовления светофильтров.

#### **Формула изобретения**

1. *Способ изготовления инфракрасного светофильтра* на основе кристалла фторида натрия путем облучения кристалла фторида натрия пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией 1,5–4,6 МэВ, *отличающийся тем, что* облучение рабочей грани кристалла ведут до флюенса  $(1,2-3,0) \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>.

2. *Способ изготовления инфракрасного светофильтра* по п. 1, *отличающийся тем, что* последовательно облучают вначале рабочую грань кристалла, а затем противоположную ей грань до флюенса  $(1,2-3,0) \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> на каждую грань.

**Патент 2270462 РФ**  
**ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ**  
**ДОЗИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС**

Код(ы) МПК	G01T 1/06, 1/11, 1/29	C09K 11/08
Библиографическая ссылка	Пат. 2270462 РФ. Термолюминесцентный дозиметрический комплекс / Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, Т. С. Королева, В. Ю. Иванов, А. И. Слесарев, А. В. Анилко, Б. К. Джолдошов, С. Pedrini, В. Hautefeuille, J.-M. Fourmigue. Заявл. 28.07.2004; опубл. 20.02.2006. Бюл. № 5.	

**Реферат**

Предложен термолюминесцентный дозиметрический комплекс, пригодный для регистрации рентгеновского, гамма- и электронного излучения.

Суть изобретения заключается в том, что в качестве термолюминесцентного детектора в комплексе используют термолюминесцентный детектор, выполненный в виде кристаллического волокна на основе термолуминофорных фторидных, оксидных или сульфидных материалов, со светоотражающим покрытием по всей длине волокна, один конец которого снабжен зеркальным отражателем, а другой имеет стыковочный узел, через который высвечиваемая волоконным термолюминесцентным детектором светосумма поступает в волоконно-оптический кабель связи, соединенный с фотоприемником и блоком управления и обработки сигналов, а нагреватель выполнен в виде чехла из металлической фольги, плотно охватывающей волоконный термолюминесцентный детектор.

Использование волокна в качестве ТЛД-детекторов повышает удельную (на единицу массы или объема) чувствительность детектора, поскольку обеспечивает светосбор в полном телесном угле, близком к  $4\pi$ , и создает условия для удаленного расположения фотоприемника, при котором защитные светофильтры и микрохолодильники, применяемые в известных дозиметрических комплексах, не требуются. Кроме того, устройство способно работать в полях ионизирующих излучений повышенной интенсивности и в смешанных полях излучений. В первом случае волокно не только запасает в себе светосумму, продолжая работать в режиме накопления и за-

поминания информации о дозе и флюенсе облучения, но и начинает работать в режиме online как люминесцентный токовый детектор, информируя о превышении опасных пороговых уровней излучения.

### **Описание изобретения**

Изобретение относится к области ядерного приборостроения, оно связано с разработкой дозиметрических комплексов интегрирующего типа, а именно с разработкой термолюминесцентных дозиметрических комплексов для регистрации рентгеновского, гамма- и электронного излучения, комплексов, используемых в стационарных условиях, в том числе и для индивидуальной дозиметрии, а также в качестве контролирующих дозиметрических комплексов сопровождения транспортных ядерно-энергетических установок наземного, подводного и космического базирования.

Все известные термолюминесцентные дозиметрические комплексы (ТЛД-комплексы) включают в себя термолюминесцентный детектор (ТЛД), нагреватель ТЛД-детектора, фотоприемник, а также электронный блок управления и обработки сигналов. Во всех известных ТЛД-комплексах в качестве ТЛД используют радиационно-чувствительные термолюминофорные материалы (например,  $\text{LiF}$ ,  $\text{NaF}$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{SrF}_2$ ,  $\text{BeO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  и другие) в виде монокристаллических или поликристаллических дисков (таблеток) со стандартными размерами: диаметром 5 мм, толщиной 1 мм. Во всех известных термолюминесцентных дозиметрических комплексах фотоприемник, как правило, измеряет только часть (не более половины) светосуммы, высвечиваемой детектором со стороны ТЛД-диска (таблетки), обращенной к фотоприемнику, т. е. фотоприемник регистрирует термолюминесценцию в телесном угле, не превышающем  $2\pi$ .

В предлагаемом термолюминесцентном дозиметрическом комплексе принципиально новым техническим решением является использование термолюминесцентных детекторов не в виде дисков, а в виде кристаллических волокон из радиационно-чувствительных светозапасающих термолюминофорных материалов, хранящих информацию о дозе облучения.

Известен термолюминесцентный дозиметрический комплекс – автоматизированный комплекс индивидуального дозиметрического контроля АКИДК-201(Рекламный листок Ангарского электролизного химического комбината), пригодный для регистрации фотонного (гамма- и рентгенов-

ского) излучения. Термолюминесцентный детектор известного комплекса представляет собой диск из монокристаллического фторида лития, активированного магнием и титаном – ТЛД-детектор марки ДТГ-4. Нагрев термолюминесцентного дискообразного детектора в известном комплексе осуществляют с помощью генератора тока высокой частоты. Считывание дозиметрической информации с ТЛД-детектора при его термовысвечивании осуществляют с помощью фотоприемника (фотоэлектронного умножителя), расположенного в непосредственной близости от нагретого детектора. Для снижения температуры фотоприемника в известном термолюминесцентном дозиметрическом комплексе используют микрохолодильник, что усложняет и удорожает конструкцию детектора. Кроме того, в известном термолюминесцентном дозиметрическом комплексе обеспечивается светособирание ТЛД детектора только в  $2\pi$  телесном угле. При этом теряется не менее 50 % высвечиваемой детектором светосуммы, что уменьшает почти в два раза удельную чувствительность ТЛД-детектора в сравнении с таковой при светособирании в  $4\pi$ -геометрии.

Известен термолюминесцентный дозиметрический комплекс с блоком регистрации (Заявка 3913577/31-25 РФ от 24.06.1985), содержащий ТЛД-детектор, размещенный в светонепроницаемой камере с нагревательным элементом напротив установленного в ней фотоприемника, причем термолюминесцентный детектор выполнен из анион-дефектного корунда в виде диска с центральным отверстием, а нагревательный элемент изготовлен в виде части штока, представляющего собой цилиндр переменного сечения, заканчивающийся конусообразной иглой. Однако известный термолюминесцентный дозиметрический комплекс обеспечивает светособирание с термолюминесцентного ТЛД-детектора только в  $2\pi$ -геометрии. При этом теряется не менее 50 % высвечиваемой детектором светосуммы, что уменьшает почти в два раза удельную чувствительность детектора в сравнении с таковой при светособирании в  $4\pi$ -геометрии. Кроме того, в известном ТЛД-комплексе отсутствует возможность передачи высвечиваемой детектором светосуммы на удаленный от разогретого детектора и нагревателя фотоприемник. Приходится работать с нагревательным элементом, установленным напротив фотоприемника, что повышает уровень тепловых шумов фотоприемника и снижает чувствительность ТЛД-комплекса в целом.

Известен термолюминесцентный дозиметрический комплекс – система «Сапфир 001» (Russian State Standard Committee Certificate № 2024 on approval of measurement means dated 18.01.1996. Рекламный листок). Система предназначена для измерения дозы рентгеновского и гамма-излучения в диапазоне 0,01–200 мЗв. Известный термолюминесцентный дозиметрический комплекс имеет кассету, содержащую 4 ТЛД-детектора (ТЛД-500К) в виде таблеток из  $\text{Al}_2\text{O}_3$  диаметром 5 мм и толщиной 1 мм, с нагревателем в виде пластины накального типа. Однако известный термолюминесцентный дозиметрический комплекс обеспечивает светособирание с термолюминесцентного детектора только в 2 $\pi$ -геометрии. При этом теряется не менее 50 % высвечиваемой детектором светосуммы, что уменьшает почти в два раза удельную чувствительность детектора в сравнении с таковой при светособирании в 4 $\pi$ -геометрии. В известном детекторе нагреватель с термолюминофором располагаются вблизи от фотоприемника, что повышает уровень тепловых шумов фотоприемника и снижает чувствительность ТЛД-комплекса в целом. В известном комплексе не предусмотрена возможность передачи высвечиваемой детектором светосуммы на удаленный от нагревателя фотоприемник.

В других известных аналогичных термолюминесцентных дозиметрических комплексах (например, А. с. 936704 СССР; Модель № 2000D фирмы Harshaw Chemical Company USA, каталог 1982 г.; Пат. 1059514 Великобритании) термолюминесцентные детекторы, входящие в состав ТЛД-комплексов, имеют вид дисков, с которых собирается светосумма в условиях 2 $\pi$ -геометрии, т. е. теряется до 50 % информации, фотоприемники расположены в непосредственной близости от нагревателей, что не обеспечивает высокой удельной чувствительности ТЛД-детекторов и дозиметрических комплексов в целом.

Известен термолюминесцентный дозиметрический комплекс (Шварц К. К. Некоторые вопросы техники измерения в термолюминесцентной дозиметрии / К. К. Шварц, М. М. Грубе. Радиационная физика: сб. науч. тр. Рига: Зинатне. 1967. Вып. 5. С. 237–257), содержащий детектор на основе дискообразного кристаллического LiF (или порошкообразного LiF, сбрикетированного в таблетку) и нагревательный элемент в виде тонкой металлической пластины (0,15×4×10 мм<sup>3</sup>), фотоприемник. Однако в

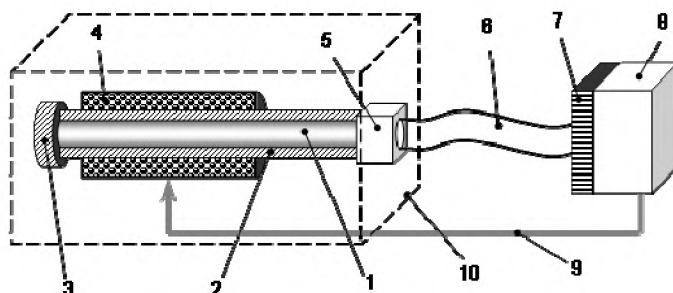
известном термолюминесцентном комплексе фотоприемник расположен непосредственно перед нагревателем, что создает сильный тепловой фон.

Для уменьшения теплового фона известный комплекс содержит светофильтр, что снижает чувствительность комплекса из-за неизбежных потерь в светофильтре. Недостатком известного термолюминесцентного дозиметрического комплекса является также то, что светособирание с ТЛД-детектора в нем осуществляется в  $2\pi$ -геометрии. При этом теряется не менее 50 % высвечиваемой детектором светосуммы, что уменьшает почти в два раза удельную чувствительность детектора в сравнении с таковой при светособирании в  $4\pi$ -геометрии.

Наиболее близким к заявляемому является термолюминесцентный дозиметрический комплекс (Optical fiber sensor based on optically stimulated luminescence for gamma-radiation detection / L. Albert [et al.] // Book of abstracts 3-rd Int. Symp. «Luminescent Detectors and Transformers of Ionizing Radiation» LUMDETR'97, 1997. P. 1–2). Известный термолюминесцентный дозиметрический комплекс содержит термолюминесцентный детектор, изготовленный из радиационно-чувствительных термолюминесцентных материалов на основе щелочно-земельных сульфидов, чувствительный к ультрафиолетовому, рентгеновскому или гамма-излучению. Термовысвечивание осуществляют с помощью инфракрасного излучения лазерного диода ( $\lambda = 858$  нм), играющего роль нагревателя. Фотоприемником в известном термолюминесцентном дозиметрическом комплексе служит фотоэлектрический умножитель, который принимает сигнал с ТЛД-детектора через стыковочный узел (connector) с помощью волоконно-оптического кабеля связи. Сигналы с фотоприемника обрабатываются блоком управления и обработки сигналов. Однако известный термолюминесцентный дозиметрический комплекс имеет ТЛД-датчик, выполненный из термолуминофорного материала в виде диска. Недостатком такого комплекса является то, что светособирание с дискообразного ТЛД-детектора в нем осуществляется в  $2\pi$ -геометрии, при которой теряется значительная часть высвечиваемой детектором светосуммы, что уменьшает чувствительность детектора.

Предлагаемое устройство – термолюминесцентный дозиметрический комплекс, схема которого приведена на фиг. 1, содержит волоконный термолюминесцентный детектор 1 со светотражающим покрытием 2

и зеркальным торцом 3, на одном из краев волокна закреплен плотно прилегающий к нему нагреватель 4 в виде чехла из металлической фольги, волоконный термолюминесцентный детектор 1 через стыковочный узел 5 соединен с помощью волоконно-оптического кабеля 6 с фотоприемником 7, сигнал с которого поступает на электронный блок управления (нагревателем) и обработки сигналов 8; блок управления соединен с нагревателем с помощью кабеля 9. Волоконный термолюминесцентный детектор 1 вместе с отражающим покрытием по всей длине 2, зеркальным торцом 3, нагревателем 4 и стыковочным узлом образует термолюминесцентный датчик 10.



Фиг. 1. Термолюминесцентный дозиметрический комплекс

Предлагаемое устройство работает следующим образом. После облучения волоконного термолюминесцентного детектора 1 при температуре 300 К рентгеновским или гамма-излучением или электронами в нем накапливается информация о дозе облучения в виде запасенной светосуммы. По сигналу с микропроцессорного блока управления и обработки информации 8 включается нагреватель 4, обеспечивающий заданную скорость нагрева (например, 0,1–0,4 К/с) термолюминесцентного детектора. При определенной температуре (температуре пика термостимулированной люминесценции (ТСЛ)), происходит высвечивание светосуммы, запасенной в детекторе под действием излучения. Если в качестве термолюминесцентного детектора используют волокно на основе  $\text{NaF:U}$ ,  $\text{Cu}$ , то основной пик ТСЛ ( $\lambda = 540\text{--}670$  нм) наблюдается при температуре 360–420 К. Для волокна  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  пик ТСЛ ( $\lambda = 505$  нм) наблюдается при температуре 355–390 К, а для волокна  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\lambda = 410, 510$  и  $693$  нм) – при температуре 448 К. Таким

образом, позиции пиков ТСЛ для волоконных ТЛД-детекторов (изготовленных на основе известных фторидных или оксидных материалов  $\text{NaF:U}$ ,  $\text{Cu}$ ;  $\text{NaF:U}$ ;  $\text{LiF:U}$ ,  $\text{Cu}$ ;  $\text{LiF:U}$ ;  $\text{LiF:Ti}$ ;  $\text{Mg}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  или щелочноземельных сульфидов) в виде волокон такие же, как и для дискообразных ТЛД-детекторов, изготовленных из тех же материалов. Вывсечиваемая светосумма собирается с помощью светоотражающего покрытия 2 и торцевого зеркала 3 в телесном угле, близком к  $4\pi$ , и по волокну 1 через стыковочный узел 5 поступает в волоконно-оптический кабель 6, с помощью которого она поступает на фотоприемник, изготовленный, например, в виде матрицы из приборов с переносом заряда: ПЗС-матрицы, имеющей достаточно высокую чувствительность в видимом диапазоне. Последняя обеспечивает регистрацию ТСЛ для всех вышеуказанных ТЛД-детекторов, излучающих в видимом диапазоне спектра. Далее сигналы с ПЗС матрицы поступают на блок управления и обработки сигналов, который выдает информацию о дозе облучения.

Принципиальное преимущество предлагаемого термолюминесцентного дозиметрического комплекса заключается в том, что в нем в качестве сенсорного элемента используют кристаллические волокна из неорганических радиационно-чувствительных материалов, по сути, из тех же материалов, которые применялись для традиционных дискообразных ТЛД-детекторов с теми же самыми позициями пиков ТСЛ. Использование волокна в качестве ТЛД-детекторов повышает удельную (на единицу массы или объема) чувствительность детектора, поскольку обеспечивает светосбор в полном телесном угле, близком к  $4\pi$ , и создает условия для удаленного расположения фотоприемника, при котором защитные светофильтры и микрохолодильники, применяемые в известных дозиметрических комплексах, не требуются.

Повышение удельной чувствительности ТЛД создает условия для микроминиатюризации датчиков, которые могут быть использованы при определении и контроле дозозатрат космонавтов, работающих в открытом космосе, или при определении дозозатрат элементов, солнечных батарей или оптико-электронных схем, расположенных на поверхности космических аппаратов, работающих в радиационных поясах Земли.



Дополнительным преимуществом предлагаемого устройства является особенность его работы в полях ионизирующих излучений повышенной интенсивности и в смешанных полях излучений. В первом случае волокно не только запасаает в себе светосумму, продолжая работать в режиме накопления и запоминания информации о дозе и флюенсе облучения, но и начинает работать в режиме online как люминесцентный токовый детектор, информируя о превышении опасных пороговых уровней излучения. Во втором случае при работе в смешанных полях излучений термолюминесцентные волоконные детекторы изготавливают из разных веществ. Например, из  ${}^6\text{LiF:U,Cu}$  изготавливаются ТЛД-детекторы для регистрации нейтронов и фотонного излучения, а из  ${}^7\text{LiF:U,Cu}$ , из анион-дефектного корунда  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , из  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  или сульфидов щелочноземельных металлов изготавливают для регистрации рентгеновского и гамма-излучения. В этом случае применяют несколько термолюминесцентных датчиков типа датчика 10, изображенного на фиг. 1. Каждый датчик снабжен своим ТЛД-детектором, избирательно чувствительным к тому или иному виду ионизирующего излучения, а также индивидуальными кабелями волоконно-оптической связи, сигналы с которых обрабатываются одним общим фотоприемником и электронным блоком управления и обработки сигналов.

#### Формула изобретения

*Термолюминесцентный дозиметрический комплекс, включающий термолюминесцентный детектор, нагреватель термолюминесцентного детектора, волоконно-оптический кабель связи, фотоприемник, электронный блок управления и обработки сигналов, отличающийся тем, что в качестве термолюминесцентного детектора используют детектор, выполненный в виде кристаллического волокна на основе термолуминофорных фторидных, оксидных или сульфидных материалов, со светоотражающим покрытием по всей длине волокна, один конец которого снабжен зеркальным отражателем, а другой имеет стыковочный узел волоконно-оптического кабеля связи, соединенного с фотоприемником и блоком управления и обработки сигналов, а нагреватель выполнен в виде чехла из металлической фольги, плотно охватывающей волоконный термолюминесцентный детектор.*

**Патент 2270463 РФ**  
**СЦИНТИЛЛЯТОР ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ**  
**ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ**

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 3/06

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2270463 РФ. Сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов / Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов, Т. С. Королева, С. В. Маркс, В. Л. Петров. Заявл. 16.11.2004; опубл. 20.02.2006. Бюл. № 5.

**Реферат**

Изобретение относится к неорганическим сцинтилляционным материалам, предназначенным для регистрации тепловых нейтронов и пригодным для создания на их основе радиационных детекторов для радиоэкологического мониторинга территорий, контроля космического и техногенного нейтронного фона, для создания комплексов технического контроля за первичным ядерным топливом и за изделиями из делящихся материалов, а также для создания антитеррористических комплексов нейтронного контроля.

Суть изобретения заключается в том, что сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов на базе кристалла  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  дополнительно содержит изотоп гелия  ${}^3\text{He}$  при следующем соотношении компонентов, ат. %:  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  99,94–99,98; изотоп гелия  ${}^3\text{He}$  0,02–0,06.

**Описание изобретения**

Изобретение относится к неорганическим сцинтилляционным материалам, предназначенным для регистрации тепловых нейтронов и пригодным для создания на их основе сцинтилляционных детекторов для радиоэкологического мониторинга территорий, контроля космического и техногенного нейтронного фона, для создания комплексов технического контроля за первичным ядерным топливом и за изделиями из делящихся материалов, а также для создания антитеррористических комплексов радиационного контроля.

Для обнаружения и регистрации тепловых нейтронов сцинтилляционным методом необходимо, чтобы вещество сцинтиллятора обладало достаточно высоким световыходом сцинтилляций и, главное, повышенным се-

чением взаимодействия с тепловыми нейтронами в рамках возможных ядерных реакций типа  $(n, \alpha)$ , или  $(n, p)$ , или  $(n, \gamma)$ , поскольку именно этот параметр определяет основную техническую характеристику сцинтиллятора: эффективность регистрации тепловых нейтронов. Последняя определяется как отношение числа зарегистрированных тепловых нейтронов к числу тепловых нейтронов, попавших в сцинтиллятор. Чтобы регистрировать тепловые нейтроны, вещество сцинтиллятора должно их чувствовать, взаимодействовать с ними. Так, сцинтиллятор на основе NaI:Tl, обладающий рекордно высоким световыходом сцинтилляций при регистрации гамма-излучения (*Прайс В. Регистрация ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.; Группен К. Детекторы элементарных частиц: справочное издание / К. Группен; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.*) практически не пригоден для регистрации тепловых нейтронов, поскольку ядра элементов, образующих вещество сцинтиллятора NaI:Tl не взаимодействует с тепловыми нейтронами. Напротив, сцинтилляторы, в состав которых, например, входят ядра  ${}^6\text{Li}$ , или  ${}^{10}\text{B}$ , или другие ядра, имеющие высокое сечение взаимодействия с тепловыми нейтронами, обладают эффективностью их регистрации, достаточной для использования в сцинтилляционных счетчиках.

Поскольку нейтронное излучение делящихся материалов (ДМ) всегда сопровождается гамма-излучением, то для повышения обнаружительной способности сцинтиллятора по отношению к ДМ необходимо, чтобы сцинтиллятор одновременно мог регистрировать и гамма-излучение. Для таких сцинтилляторов в индивидуальной (персональной) дозиметрии дополнительным требованием является требование их тканезквивалентности: их эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}}$  должен быть равен или близок к эффективному атомному номеру биологической ткани ( $Z_{\text{эф\_биол}} = 7,42$ ). Это требование не является обязательным для производственной дозиметрии нейтронов, однако оно актуально для персональной дозиметрии.

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов на основе кристалла  ${}^6\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  (Пат. 2148837 РФ). Он содержит  ${}^6\text{Li}$ -изотоп и регистрирует тепловые нейтроны по реакции  ${}^6\text{Li}(n, \alpha)\text{T}$  с сечением захвата 940 барн (*Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 151 с.; Группен К. Детек-*

торы элементарных частиц: справочное издание / *К. Группен*; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.). Однако сцинтиллятор  ${}^6\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  обладает невысокой эффективностью регистрации тепловых нейтронов из-за недостаточно высокого сечения реакции  ${}^6\text{Li}(n, \alpha)\text{T}$ . Кроме того, кристаллы  ${}^6\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  нетехнологичны, имеют высокую степень дефектности, а их эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}}$  существенно превышает  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани и требование тканезквивалентности сцинтиллятора – необходимое условие индивидуальной дозиметрии – не выполняется.

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов на основе кристалла  $\text{NaI:Tl}$  с чехлом-радиатором из борсодержащего материала, окружающего кристалл  $\text{NaI:Tl}$  (Пат. 2189057 РФ). Толщина радиатора, изготовленного из карбида или нитрида бора, достаточна для полного поглощения тепловых нейтронов ядрами  ${}^{10}\text{B}$ . Сечение захвата тепловых нейтронов естественной смесью изотопов бора составляет 767 барн, а для чистого изотопа  ${}^{10}\text{B}$  – 3837 барн. Недостатком известного сцинтиллятора (Пат. 2189057 РФ) является недостаточно высокое сечение взаимодействия с тепловыми нейтронами и высокая гигроскопичность применяемого кристалла  $\text{NaI:Tl}$ . Последнее делает его ненадежным в эксплуатации. Все известные потенциальные борсодержащие сцинтилляторы (*Прайс В. Регистрация ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.; Группен К. Детекторы элементарных частиц: справочное издание / К. Группен; пер. с англ. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.; Огородников И. Н., Кружало А. В. // Изв. вузов. Физика. 1996. Т. 39, № 11. С. 76–93*) обладают недостаточно высокой эффективностью регистрации тепловых нейтронов из-за невысокого сечения реакции для естественной смеси изотопов бора (767 барн). Кроме того, для  $\text{NaI:Tl}$   $Z_{\text{эф}} = 54$ , что в 7–8 раз превышает  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани, т. е. требование тканезквивалентности сцинтиллятора – необходимое условие индивидуальной дозиметрии – не выполняется.

Известна сцинтилляционная композиция из кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  и пластика или стильбена (Пат. 2158011 РФ) для регистрации быстрых нейтронов и гамма-излучения. Однако такая сцинтилляционная композиция нечувствительна к тепловым нейтронам.

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов на основе кристалла  $\text{NaI:Tl}$  с чехлом-радиатором из серебра (*Прайс В. Регистра-*

ция ядерного излучения / В. Прайс. М.: ИИЛ, 1964. 464 с.). Серебро эффективно поглощает нейтроны резонансных энергий и испускает гамма-кванты по реакции ( $n, \gamma$ ). Последние и регистрируются кристаллом NaI:Tl. Резонансные реакции ( $n, \gamma$ ) на естественной смеси изотопов серебра имеют сечение взаимодействия 86,3 барн для медленных и промежуточных нейтронов и 63,3 барн для тепловых нейтронов. Однако такой детектор дорогостоящ из-за высоких цен на серебро. Применение изотопа  $^{109}\text{Ag}$  для регистрации тепловых нейтронов (сечение 91 барн) при работе в сочетании с NaI:Tl нецелесообразно из-за низкого сечения взаимодействия и малого периода полураспада  $^{109}\text{Ag}$ , равного всего 24,6 суткам. Таким образом, эффективность регистрации тепловых нейтронов таким сцинтиллятором невысока. Кроме того, условие тканезквивалентности для сцинтиллятора NaI:Tl не выполняется.

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов в виде сцинтилляционной композиции из трех параллельно-последовательно соединенных сцинтилляторов (Пат. 2143711 РФ), один из которых, выполненный на основе  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла, чувствителен к тепловым нейтронам. Однако эффективность регистрации тепловых нейтронов таким сцинтиллятором, определяемая соответствующим сечением реакции  $^6\text{Li}(n, \alpha)\text{T}$  (сечение реакции равно 940 барн), невысока и, кроме того, для него не выполняется условие тканезквивалентности.

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов на основе  $^6\text{LiI:Eu}$  (Павловская Т. Ф. [и др.] // ПТЭ. 1970. № 1. С. 90.), который обладает длительностью сцинтилляций  $\sim 1$  мкс, световыходом  $\sim 0,1$  относительно световыхода CsI:Tl. Однако известный сцинтиллятор регистрирует тепловые нейтроны за счет реакции  $^6\text{Li}(n, \alpha)\text{T}$  с сечением 940 барн, т. е. эффективность регистрации тепловых нейтронов этим сцинтиллятором невысока. Кроме того, известный сцинтиллятор LiI:Eu характеризуется наличием бета-активности продуктов радиоактивного распада, образовавшихся в результате реакций ( $n, \gamma$ ), ( $n, p$ ) и ( $n, 2n$ ) на ядрах йода, что повышает уровень его шумов. Для LiI:Eu не выполняется требование тканезквивалентности, он не пригоден для метрологически выдержанной персональной дозиметрии.

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов (А. с. 1380465 СССР) на основе состава  $\text{Sr}_3\text{Y}_{1-x}\text{Gd}_x(\text{PO}_4)_3$ , где  $x = 0,3-0,5$  с максимумом спектра свечения при 313 нм и длительностью сцинтилляций 370 нс. Однако для сцинтиллятора  $\text{Sr}_3\text{Y}_{1-x}\text{Gd}_x(\text{PO}_4)_3$  сцинтилляционная эффективность регистрации нейтронов по реакции  $(n, \alpha)$  недостаточно высока. Она составляет 0,3 относительно таковой для эталона  ${}^6\text{LiI:Eu}$ . Для известного сцинтиллятора не выполняется требование тканезквивалентности.

Известно применение состава  $\text{Gd}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$  (А.с. 1106281 СССР) в качестве сцинтиллятора для регистрации тепловых нейтронов. Однако сцинтилляционная эффективность этого состава при регистрации нейтронов по  $(n, \alpha)$ -реакции невысока, она равна 0,15–0,20 относительно таковой для  ${}^6\text{LiI:Eu}$ . Эффективный атомный номер известного сцинтиллятора существенно выше  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани, и требование тканезквивалентности – необходимое условие индивидуальной дозиметрии – не выполняется.

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов на основе  ${}^6\text{LiF:W}$  (New thermal neutron detector LiF(W) / T. A. Charkina [et al.] Book of Abstracts Int. Conf. on Inorganic Scintillators and Their Applications, SCINT-95, 1995. P. 161.). Известный сцинтиллятор  ${}^6\text{LiF:W}$  имеет максимум свечения при 430 нм, длительность сцинтилляций – 40 мкс, коэффициент преломления – 1,40, плотность – 2,64 г/см<sup>3</sup>, эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}} = 8,2$ , близкий к  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани, температуру плавления – 1133 К. Однако он имеет невысокую сцинтилляционную эффективность, равную 0,1 относительно световыхода  ${}^6\text{LiI:Eu}$ .

Известен сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов (Пат. 2244320 РФ) на основе фторида кальция (99,25–99,59 ат. %), содержащего активатор фторид европия (0,4–0,7 ат. %) и изотоп  ${}^3\text{He}$  (0,01–0,05 ат. %). Он имеет повышенный световыход сцинтилляций со спектром свечения в синей области с максимумом при 450 нм. Известный сцинтиллятор имеет повышенную чувствительность к тепловым нейтронам благодаря наличию в нем дополнительно к изотопу  ${}^6\text{Li}$  изотопа  ${}^3\text{He}$  с сечением захвата тепловых нейтронов 4000 барн. Однако известный сцинтиллятор для тепловых нейтронов имеет эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}} = 16,5$ , который более чем в два раза превышает эффективный атомный номер биологической ткани ( $Z_{\text{эф\_биол}} = 7,42$ ), поэтому известный сцинтил-

лятор  $\text{CaF}_2:\text{Eu}, {}^3\text{He}$  не пригоден для использования в индивидуальной дозиметрии.

Известен способ имплантации ионов  $\text{He}^+$  в кристаллы  $\text{LiF}$  с использованием ускорителя ионов (Concentration of  $\text{F}_2$  and  $\text{F}_3^+$  defects in  $\text{He}^+$  implanted  $\text{LiF}$  crystals determined by optical transmission and photoluminescence measurements / *F. Bonfigli* [et al.] // *Optical Materials*. 2003. Vol. 24. P. 291–296). Ионы  $\text{He}^+$ , имплантируемые в кристаллы  $\text{LiF}$ , имели энергию 1,5–2 МэВ, флюенс облучения составлял  $6 \cdot 10^{13}$ – $2,5 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Однако получаемые по известному способу кристаллы  $\text{LiF}$  были имплантированы ионами гелиевого изотопа  ${}^4\text{He}$ , имеющего крайне низкое сечение захвата тепловых нейтронов; известные составы  $\text{LiF}:{}^4\text{He}$  не применялись для регистрации тепловых нейтронов, об их возможном или невозможном использовании в качестве детекторов тепловых нейтронов в известном источнике (Concentration of  $\text{F}_2$  and  $\text{F}_3^+$  defects in  $\text{He}^+$  implanted  $\text{LiF}$  crystals determined by optical transmission and photoluminescence measurements / *F. Bonfigli* [et al.] // *Optical Materials*. 2003. Vol. 24. P. 291–296) не упомянуто.

Наиболее близким к заявляемому по составу является сцинтиллятор на основе фторида лития, активированного азотнокислым уранилом  $\text{LiF}:\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  (0,001–0,005 мол. %). В нем используется естественная смесь изотопов  ${}^7\text{Li}$  и  ${}^6\text{Li}$  (А. с. 1304584 СССР). Однако из-за низкого содержания изотопа  ${}^6\text{Li}$  в естественной смеси изотопов лития (7,42 %) и невысокого сечения захвата тепловых нейтронов изотопом  ${}^6\text{Li}$  (940 барн) известный детектор обладает недостаточно высокой эффективностью регистрации тепловых нейтронов. Ранее этот известный сцинтиллятор был предложен для регистрации только заряженных частиц.

Таким образом, известные составы, содержащие изотоп  ${}^6\text{Li}$ , применяемые в качестве сцинтилляторов для регистрации тепловых нейтронов, обладают недостаточно высоким сечением взаимодействия с тепловыми нейтронами 940 барн (реакция  $(n, \alpha)$ ) и, соответственно, недостаточно высокой эффективностью их регистрации. В предлагаемом изобретении применяют известный сцинтиллятор  $\text{LiF}:\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  (в котором литий максимально обогащен изотопом  ${}^6\text{Li}$ ), в который дополнительно вводят изотоп  ${}^3\text{He}$  тем или иным способом: методом термодиффузии или методом имплантации ускоренных ионов гелия  ${}^3\text{He}$  в приповерхностные слои. В пер-

вом случае, когда изотоп  $^3\text{He}$  введен в детектор методом термодиффузии, получают объемный сцинтиллятор; во втором, при поверхностной имплантации, получают тонкослойный чувствительный к тепловым нейтронам сцинтиллятор того же состава.

Сущность изобретения заключается в том, что предлагаемый сцинтиллятор (объемный или тонкослойный) на основе кристаллов фторида лития, активированных азотнокислым уранилом, имеет состав, ат. %:  $^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  99,94–99,98; изотоп гелия  $^3\text{He}$  0,02–0,06. При дополнительном введении в известный состав изотопа  $^3\text{He}$  эффективность регистрации тепловых нейтронов возрастает более чем на порядок по сравнению с эффективностью регистрации тепловых нейтронов кристаллами прототипа  $\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$ , содержащих естественную смесь изотопов  $^7\text{Li}$  и  $^6\text{Li}$ , и возрастает в 2–3 раза по сравнению с эффективностью регистрации тепловых нейтронов с помощью аналога  $^6\text{LiF:W}$ . Такое повышение эффективности регистрации тепловых нейтронов обусловлено тем, что их захват происходит на ядрах двух типов: на ядрах  $^6\text{Li}$  (реакция  $(n, \alpha)$  с сечением 940 барн) и на ядрах  $^3\text{He}$  (реакция  $(n, p)$  с сечением захвата 4000 барн (*Машкович В. П. Защита от ионизирующих излучений / В. П. Машкович, Л. В. Кудрявцева. М.: Энергоатомиздат, 1995. 494 с.*)). Эффективный атомный номер предлагаемого сцинтиллятора близок к эффективному атомному номеру биологической ткани, что необходимо для персональной дозиметрии.

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтиллятора является его чувствительность к гамма-излучению, что повышает его способность к обнаружению делящихся материалов. Более того, дополнительным преимуществом является также то, что содержащийся в составе сцинтиллятора изотоп  $^3\text{He}$  обеспечивает не только регистрацию тепловых нейтронов, но и регистрацию части надтепловых нейтронов благодаря их замедлению путем рассеяния на ядрах гелия, что также повышает обнаружительную способность сцинтиллятора к нейтронным потокам и делящимся материалам.

*Пример 1.* Сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов состава  $^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  – 99,94 ат. %, изотоп  $^3\text{He}$  – 0,06 ат. %. Сцинтиллятор получают в две стадии. На первой стадии выращивают кристаллы  $^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  с содержанием  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,005 мол. % в виде були диаметром 30–50 мм, длиной 40–60 мм методом Киропулоса в платиновых



тиглях на воздухе (*Кидибаев М. М.* Радиационно-стимулированные процессы в кристаллах  $(\text{Li}, \text{Na})\text{F}:\text{U}, \text{Me}$  / *М. М. Кидибаев.* Каракол; Екатеринбург. Исык-Кульский государственный университет, 1999. 220 с.). Затем из центральной части були вырезают кристалл под стандартный диаметр  $\sim 40$  мм, толщиной 4–6 мм, которая достаточна для захвата тепловых нейтронов ядрами  ${}^6\text{Li}$ . Затем кристалл-заготовку помещают в барокамеру, в которой в кристалл вводят изотоп  ${}^3\text{He}$  с помощью термодиффузии по методу А. Я. Купряжина (*Купряжский А. Я., Куркин А. Д.* // ФТТ. 1990. Т. 32, № 8. С. 2349–2354). В кристаллах  $\text{LiF}$  эффективно реализуется междоузельный, вакансионный и дислокационный механизмы термодиффузии с невысокой энергией активации и низкими энергиями растворения. Режим термодиффузии выбран (по известной температурной зависимости растворимости гелия и по известной зависимости растворимости гелия в кристаллах  $\text{LiF}$  от давления насыщения) таким, чтобы содержание  ${}^3\text{He}$  в кристалле  $\text{LiF}:\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ ,  ${}^3\text{He}$  было доведено до 0,06 ат. %. Полученные кристаллы обладали следующими свойствами: эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}} = 8,2$  близок к  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани; спектр свечения имеет максимум при 530 нм; длительность основной компоненты сцинтилляции равна 4–6 мкс. Срок службы сцинтиллятора при комнатной рабочей температуре (при расчетном типовом коэффициенте междоузельной диффузии  $\sim 10^9$  см/с) для кристалла с диаметром порядка 40 мм составляет по оценке несколько лет. Эффективность регистрации тепловых нейтронов в сравнении с таковой для сцинтиллятора  $\text{LiF}:\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  возрастает в 11 раз, т. е. в 4 раза выше, чем у аналога  ${}^6\text{LiF}:\text{W}$ .

*Пример 2.* Сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов состава  ${}^6\text{LiF}:\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  – 99,98 ат. %, изотоп  ${}^3\text{He}$  – 0,02 ат. %. Сцинтиллятор получают в две стадии. Вначале выращивают кристаллы  ${}^6\text{LiF}:\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  с содержанием  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,003 мол. % в виде були, как и в примере 1. Из центральной части вырезают кристалл диаметром 40 мм и толщиной 4–6 мм. Затем в кристалл вводят методом имплантации изотоп  ${}^3\text{He}$  с энергией 1–3 МэВ при токе пучка 10–15 мкА. Полученные кристаллы имели поверхностный слой толщиной 5–10 мкм, насыщенный ионами  ${}^3\text{He}$ , который и выполнял функции тонкослойного сцинтиллятора-регистратора тепловых нейтронов, обладая повышенной эффективностью регистрации тепловых

нейтронов, провзаимодействовавших с ядрами  ${}^6\text{Li}$  в этом слое. Относительная сцинтилляционная эффективность нейтронно-чувствительного слоя в два раза выше, чем у аналога  ${}^6\text{LiF:W}$ , и в 6–8 раз выше, чем у прототипа.

*Пример 3.* Сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов состава  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  – 99,96 ат. %, изотоп  ${}^3\text{He}$  – 0,04 ат. % получают так же, как в примере 1. Вначале выращивают кристалл  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$ , а затем насыщают его изотопом  ${}^3\text{He}$  методом термодиффузии. Полученный сцинтиллятор имел размеры  $\varnothing = 40$  мм,  $h = 4$  мм, имел эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}} = 8,2$ , спектр свечения с максимумом в области 480–530 нм и сцинтилляционную эффективность в 2,7 раза выше, чем у аналога  ${}^6\text{LiF:W}$  и в 8–10 раз выше, чем у прототипа.

*Пример 4.* Сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов состава  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  – 99,93 ат, изотоп  ${}^3\text{He}$  (газ) – 0,07 ат. %. Содержание  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  – 0,001 мол. %. Выращивание кристаллов  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  с последующим введением в них изотопа  ${}^3\text{He}$  методом термодиффузии проводят аналогично примеру 1, но при большем времени термодиффузии. Размеры сцинтиллятора – как в примере 1 (диаметр ~ 40 мм, толщина – 4–6 мм). Сцинтиллятор имеет пониженную на 30 % эффективность регистрации тепловых нейтронов по сравнению с эффективностью регистрации сцинтиллятором, описанным в примере 1. Последнее обусловлено появлением окраски кристалла, связанной с созданием дефектов-центров окраски и поглощения ими части свечения, испускаемого урановыми центрами.

### Формула изобретения

*Сцинтиллятор для регистрации тепловых нейтронов, включающий фторид лития, активированный азотнокислым уранилом  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$ , отличающийся тем, что он дополнительно содержит изотоп гелия  ${}^3\text{He}$  (в объеме или приповерхностным слоем) при следующем соотношении ингредиентов, ат. %:*  ${}^6\text{LiF:UO}_2(\text{NO}_3)_2$  99,94–99,98; изотоп  ${}^3\text{He}$  0,02–0,06.

**Патент 2282212 РФ**

**РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ТЕРМОЭКЗОЭЛЕКТРОННОЙ  
ДОЗИМЕТРИИ ГАММА- И ЭЛЕКТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 3/06

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2282212 РФ. Рабочее вещество для термоэкзо-  
электронной дозиметрии гамма- и электронного излу-  
чения / А. И. Слесарев, Б. В. Шульгин, Ю. Д. Афонин,  
А. В. Сергеев, А. В. Анилко, Д. А. Бекетов, А. Н. Чере-  
панов. Заявл. 04.05.2005; опубл. 20.08.2006. Бюл. № 23.

**Реферат**

Изобретение относится к области дозиметрии гамма- и электронного излучения и может быть пригодно для систем радиационного контроля биологической защиты ядерно-энергетических установок, для мониторинга радиационной обстановки в зоне захоронения радиоактивных отходов, для оценки и прогнозирования радиационной обстановки в помещениях. Сущность: предложенное рабочее вещество для термоэкзоэлектронной дозиметрии включает в себя соединение алюминия в виде нитрида алюминия с добавкой оксида, в качестве которого используют оксид иттрия, при определенном соотношении компонентов. Технический результат изобретения заключается в том, что предложенное рабочее вещество для термоэкзоэлектронной дозиметрии имеет эффективный атомный номер  $Z_{эф} = 11,57$ , близкий к  $Z_{эф}$  костной ткани (10,5), отличается повышенной термической и химической стойкостью и высокой твердостью.

**Описание изобретения**

Изобретение относится к области дозиметрии гамма- и электронного излучения и может быть пригодно для систем радиационного контроля биологической защиты ядерно-энергетических установок, для мониторинга радиационной обстановки в зоне захоронения радиоактивных отходов, для оценки и прогнозирования радиационной обстановки в помещениях торговых центров и спортивных комплексов, в больницах и медицинских центрах, в религиозных сооружениях, банках, а также для контроля радиационной обстановки в местах базирования электронно-лучевой техники.

Известно рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии рентгеновского излучения (А. с. 723470 СССР) на основе ванадата кальция  $\text{Ca}_3(\text{VO}_4)_2$ . Это рабочее вещество имеет пики ТЭЭ при 497–507 °С (770–780 К). Оно обеспечивает измерение доз рентгеновского излучения до  $10^5$  Гр ( $10^7$  рад). Однако недостатком известного рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии ванадата кальция является его повышенный  $Z_{\text{эф}} = 18,48$ , превышающий  $Z_{\text{эф}}$  (биологической и костной ткани) в несколько раз, что с метрологической точки зрения делает его непригодным для использования в дозиметрии. Кроме того, применение  $\text{Ca}_3(\text{VO}_4)_2$  в качестве рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения неизвестно.

Известно рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии (Phys. Stat. Sol(a) 1973. Vol. 19. P. 243.) на основе MgO. Оно имеет пики ТЭЭ в области 150–300 °С. Известное рабочее вещество на основе MgO имеет эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}} = 10,75$ , близкий к  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани. Однако известное рабочее вещество на основе MgO обладает низкой химической стойкостью по отношению к плавиковой кислоте, под действием которой MgO переходит во фторид магния и теряет свои свойства как рабочего вещества для ТЭЭ.

Известно рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии (Kramer J., Angew J. // Phys. 1966. Bd. 20. № 5. P. 411; Слесарев А. И. [и др.] // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 26, вып. 9. С. 60–64) на основе LiF. Оно имеет пик ТЭЭ при 210 °С (по Крамеру), при 90, 126, 148, 270, 337 и 464 °С (по Слесареву) и пригодно для индивидуальной дозиметрии, поскольку его  $Z_{\text{эф}}$  близок к  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани. Однако известное рабочее вещество на основе LiF имеет низкую предельную температуру хранения, не превышающую 846 °С. При более высокой температуре оно плавится и теряет свою форму.

Известен термолюминофор на основе керамики нитрида алюминия  $\text{AlN}:\text{Y}_2\text{O}_3$ , получаемый при 1785 °С из порошков AlN и  $\text{Y}_2\text{O}_3$  методом плазменного синтеза. Содержание кислородного компонента в нитриде алюминия, допированного крупинками  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , составляло от 0,15 до 0,7 мол. % (Schweizer S. [et al.] // Proceedings of Fifth Int. Conf. On Inorganic Scintillators and their Applications. M.: Moscow State University, 2000. P. 715–719; Trinkler L. [et al.] // Radiation Measurements. 1998. Vol. 29. P. 341; Berzina B. [et al.] // Science Forum. 1996. Vol. 239–241. P. 145). Однако для известного

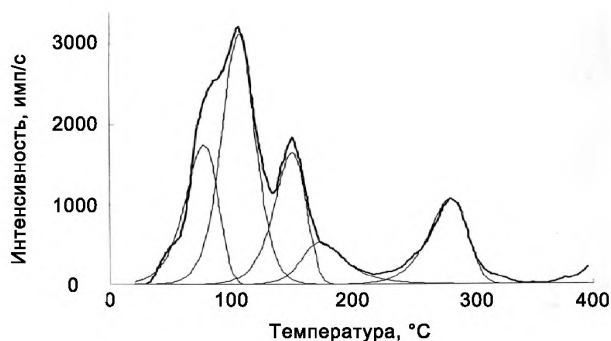
состава  $\text{AlN:Y}_2\text{O}_3$  (0,15–0,7 мол. %) известны только термолюминесцентные свойства. Возможность использования состава  $\text{AlN:Y}_2\text{O}_3$  (0,15–0,7 мол. %) в качестве экзoeлектронного дозиметра в вышеперечисленных работах не оговаривалась. Такая возможность была неизвестна.

Из всех известных рабочих веществ для термоэкзoeлектронной дозиметрии наиболее близким к заявляемому по составу является рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии на основе соединения алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$  (Цинцадзе З. Г. [и др.] // Сообщения АН Грузинской ССР. 1976. Т. 84, № 2. С. 341.). Пики ТЭЭ известного рабочего вещества на основе  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}$  для ТЭЭ дозиметрии рентгеновского излучения находятся при 127 и 227 °С. Эффективный атомный номер  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}$ , равный 11,59, близок к  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани. Однако известное рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии неустойчиво при хранении в парах плавиковой кислоты  $\text{HF}$ , вещество разлагается и теряет свои свойства.

Предложенное рабочее вещество для термоэкзoeлектронной дозиметрии включает в себя соединение алюминия в виде нитрида алюминия с добавкой оксида, в качестве которого выступает оксид иттрия, при следующем соотношении компонентов, об. %:  $\text{AlN}$  97–98;  $\text{Y}_2\text{O}_3$  2–3. Предложенное рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии имеет пики ТЭЭ при 78, 107,9, 151,4, 174,0, 282,0 °С, фиг. 1 (облучение электронами). На фиг. 1 приведены кривые ТЭЭ с разложением общего спектра на составляющие. Разложение сложного спектра ТЭЭ на элементарные полосы проведено после его предварительного сглаживания в предположении кинетики первого порядка (по методу Мохарила: *Moharil S. V.* // J. Phys. D.: Appl. Phys. 1983. Vol. 16. P. 2017–2025.). Основной рабочий пик ТЭЭ для  $\text{AlN:Y}_2\text{O}_3$  расположен при температурах 70–110 °С, что обеспечивает быстрый съем дозиметрической информации при термостимуляции. Диапазон измеряемых флюенсов электронов изменяется от  $10^8$  до  $10^{12}$  см<sup>-2</sup>.

Предложенное рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии на основе нитрида алюминия имеет  $Z_{\text{эф}} = 11,57$ , близкий к  $Z_{\text{эф}}$  костной ткани (10,5), отличается повышенной термической и химической стойкостью и высокой твердостью: твердость по Моосу 9. Холодная плавиковая кислота на  $\text{AlN}$  не действует. На нитрид алюминия не действуют расплавленный алюминий (до 2000 °С), галлий (до 1300 °С), борный ангидрид (до 1400 °С), он устой-

чив в контакте с вольфрамом и молибденом – до 1800 °С (*Long G., Foster L. M. // Journ. Elektrochem. Soc. 1962. № 109. P. 1176*).



Фиг. 1. Кривые термоэкзоэлектронной эмиссии предлагаемого рабочего вещества

Основные пики термостимулированной экзоэлектронной эмиссии рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии на основе нитрида алюминия (температура пиков ТЭЭ  $T_m$ , значения интенсивности экзоэмиссионного тока  $I_{экз}$  и энергии активации  $E$ ) приведены в табл. 1. Основной рабочий пик ТЭЭ находится при температуре 107,9 °С, его интенсивность в 1,5–6 раз превышает интенсивность остальных пиков ТЭЭ.

Таблица 1

Характеристики рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии, имеющего состав, об. %: AlN – 98, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 2

$T_m$ , °С	$I_{экз}$ , имп/сек	$E$ , эВ
282	1070	1,725
174	500	1,724
151,4	1640	1,222
107,9	3100	1,124
78,5	1725	0,756

*Пример 1.* Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии имеет состав, об. %: AlN 98,0, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2,0. Эффективный атомный номер  $Z_{эф} \sim 11,57$ . Плот-

ность  $3,12 \text{ кг/м}^3$ , структура типа вюртцита с параметрами  $a = 3,104$ ,  $c = 4,965 \text{ \AA}$ . Измерения ТЭЭ выполнены на автоматизированном экзэмиссионном спектрометре (АЭЭС) в вакууме  $\sim 10^{-5}$  Па. Измерительный тракт экзэмиссионного спектрометра включает в себя систему термостимуляции, обеспечивающую линейный нагрев образцов в диапазоне  $300\text{--}800 \text{ K}$  со скоростью  $0,1\text{--}1,0 \text{ K/c}$  и термостатирование. Спектрометр имеет систему возбуждения, состоящую из электронной пушки (энергия –  $150 \text{ кэВ}$ ; плотность тока –  $150 \text{ А/см}^2$ ; длительность импульса  $10 \text{ нс}$ ; флюенс электронов за один импульс –  $10^{12} \text{ см}^{-2}$  при использовании диаграммы флюенс электронов составляет  $10 \text{ см}^{-2}$ ). С помощью применения специальных диафрагм были проведены измерения экзэмиссии образцов, облученных электронами с флюенсами от  $10^8 \text{ см}^{-2}$  до  $10^{12} \text{ см}^{-2}$ . Для рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии вышеуказанного состава термозкзэмиссионные характеристики приведены в табл. 10 для флюенса  $10^{12} \text{ см}^{-2}$ . В табл. 10 указаны позиции максимумов пиков ТЭЭ ( $T_m$ ) и, соответствующие им интенсивности экзэмиссионного тока  $I_{\text{экз}}$ , а также энергии активации ( $E$ ) процессов экзэмиссии. Основным достоинством предлагаемого рабочего вещества для ТЭЭ является его повышенная химическая и термическая стойкость и повышенная чувствительность к малым флюенсам электронного излучения на уровне  $10^8 \text{ см}^{-2}$ . Предлагаемое рабочее вещество чувствительно также к гамма- и рентгеновскому излучению.

*Пример 2.* Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии имеет состав, об. %:  $\text{AlN } 97,0$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3 \text{ } 3,0$ . Основные физико-химические свойства рабочего вещества аналогичны приведенным в примере 1. Измерения характеристик рабочего вещества данного состава проводились так же, как и в примере 1. Позиции пиков ТЭЭ расположены при температурах, близких к температурам рабочего вещества в примере 1, а именно при  $\sim 78\text{--}80$ ,  $107\text{--}110$ ,  $151\text{--}152$ ,  $174\text{--}175$ ,  $280\text{--}285 \text{ }^\circ\text{C}$ . Основным рабочим пиком остается пик при  $107\text{--}110 \text{ }^\circ\text{C}$ . Линейный диапазон измеряемых флюенсов электронов составляет  $10^8\text{--}10^{12} \text{ см}^{-2}$ .

*Пример 3.* Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии имеет состав, об. %:  $\text{AlN } 96,4$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3 \text{ } 2,6$ . Измерения характеристик рабочего вещества данного состава проводились так же, как и в предыдущем примере. Пози-

ции пиков ТЭЭ расположены при температурах, близких к температурам рабочего вещества, описанного в примере 1, а именно пики ТСЭ расположены при  $\sim 78-80, 107-110, 151-152, 174-175, 280-285$  °С. Основным рабочим пиком остается пик при  $107-110$  °С. Линейный диапазон измеряемых флюенсов электронов составляет  $10^8-10^{12}$  см<sup>-2</sup>.

*Пример 4.* Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии имеет состав, об. %: AlN 99,5, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,5. Измерения экзоэмиссионных характеристик рабочего вещества данного состава для ТЭЭ дозиметрии проводились так же, как в примере 1. Однако чувствительность данного рабочего вещества к флюенсу электронов оказалась на 30–40 % ниже, чем в примере 1.

*Пример 5.* Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии имеет состав, об. %: AlN 96,0, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 4,0. Измерения характеристик рабочего вещества данного состава для ТЭЭ дозиметрии проводились так же, как в примере 1. Однако чувствительность данного рабочего вещества к флюенсу электронов оказалась на 35–42 % ниже, чем в примере 1. Синтез керамических образцов нитрида алюминия с добавкой оксида иттрия, используемых в примерах 1–5, проводили путем спекания исходной шихты в атмосфере азота при температуре 1800 °С в течение часа в графитовом тигле с внутренним диаметром 15 мм. Шихта состояла из исходных порошков нитрида алюминия, полученного из Института макрокинетики (г. Черноголовка), и оксида иттрия. Оксид иттрия использовался как активатор спекания. Исходная крупность порошка нитрида алюминия составляла минус 5 мкм. После синтеза образцы извлекались из графитового тигля, разрезались на диски диаметром 10–15 мм, толщиной 2 мм.

### **Формула изобретения**

*Рабочее вещество для термоэкзоэлектронной дозиметрии на основе соединений алюминия и оксида, отличающееся тем, что в качестве соединения алюминия используют нитрид алюминия, а в качестве оксида – оксид иттрия при следующем соотношении компонентов, об. %: AlN 97–98; Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2–3.*



## Патент 2282214 РФ СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ГЕТЕРОСТРУКТУР

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 1/202

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2282214 РФ. Способ изготовления гетероструктур /  
Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, Т. С. Королева,  
В. Ю. Иванов, Ф. Г. Нешов, П. И. Буйлин, Е. Г. Голиков,  
Б. К. Джолдошов, С. Pedrini, K. Lebbou. Заявл.  
04.05.2005; опубл. 20.08.2006. Бюл. № 23.

### Реферат

Изобретение относится к области физической и интегральной оптики, связанной с разработкой гетероструктур, пригодных для создания оптоэлектронных блоков и систем многоцелевого назначения, в частности, таких, как сцинтилляционные и термолюминесцентные детекторы ионизирующих излучений для индивидуальной и космической медицины, для систем радиационного мониторинга, систем неразрушающего контроля и томографических медицинских систем, совместимых с волоконными линиями связи и пригодных для использования в качестве терминальных датчиков для оптических волоконных линий связи.

Суть изобретения заключается в том, что для изготовления гетероструктур путем ионного облучения заготовки в качестве заготовки используют кристалловолокно фторида лития или натрия, предварительно выращенное методом микровытягивания или лазерного разогрева, кристалловолокну придают вращение вокруг своей оси скоростью 60–80 об/мин, и облучают его направленным перпендикулярно оси вращения кристалловолокна пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ и флюенсом в пределах от  $2 \cdot 10^{15}$  до  $2 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> или ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ и флюенсом в пределах от  $5 \cdot 10^{14}$  до  $8 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>.

### Описание изобретения

Изобретение относится к разделам физической и интегральной оптики, связанной с разработкой гетероструктур, пригодных для создания оптоэлектронных блоков и систем многоцелевого назначения, в частности, таких, как сцинтилляционные и термолюминесцентные детекторы ионизи-

рующих излучений для индивидуальной и космической медицины, для систем радиационного мониторинга, систем неразрушающего контроля и томографических медицинских систем, совместимых с волоконными линиями связи и пригодных для использования в качестве терминальных радиационно-чувствительных датчиков для оптических волоконных линий связи.

Известен способ изготовления планарных гетероструктур из заготовок на базе кристаллов LiF (*Monteali R. M.* [et al.] // *Opt. Comm.* 1998. Vol. 153. P. 223.; *Mussi V.* [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* 2003. Vol. 82. P. 3886.). Гетероструктуры получают путем облучения заготовок электронами или путем имплантации (облучения) ионами  $\text{He}^+$ . Однако известный способ, использующий неподвижные заготовки позволяет изготовить только планарные или канальные гетероструктуры на основе LiF, пригодные для использования в качестве волноводов. Получение гетероструктур в виде кристалловолокон, получение трубчатых кристалловолоконных гетероструктур в рамках известного способа невозможно.

Известен способ изготовления планарных гетероструктур из заготовок на основе кристаллов LiF (*Kurobori T.* [et al.] // *J. Phys. Condens. Matter.* 2003. Vol. 15. P. L399.; *Kawamura K.* [et al.] // *Appl. Phys.* 2000. Vol. B71. P. 119.; *Kawamura K.* [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* 2004. Vol. 84. P. 311.; *Kurobori T.* [et al.] // *Book of Abstracts of 15 Intern. Conf. on Defects in Insulating Materials, Riga.* 2004. P. 36.). Гетероструктуры по известному способу получают в заготовках из объемных кристаллов LiF путем создания дефектов: агрегатных  $\text{F}_2^-$  и  $\text{F}_3^+$ -центров окраски в виде микрорешеток длиной  $\sim 10$  мм на глубине  $\sim 100$  мкм. Микрорешетки представляют собой трехразмерные активные канальные волноводы. Известный способ изготовления гетероструктур заключается в облучении заготовок двумя фемтосекундными интерферирующими лазерными импульсами, которые точка за точкой производят канальные волноводы на небольшой глубине кристалла LiF. Последнее обеспечивает их нестираемость (несоскабливаемость). Однако известный способ применяется только для создания планарных гетероструктур на основе LiF. Гетероструктуры в виде кристалловолокон, трубчатые кристалловолоконные гетероструктуры на основе LiF и, тем более на основе NaF, таким способом не изготавливались.

Известен способ получения планарных гетероструктур из заготовок на основе оксидов  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG),  $LiNbO_3$  и фторидов LiF (*Townsend P. D., Chandler P. J., Zhang L.* // Optical effects of Ion Implantation. Cambridge: Cambridge University Press, 1994.; *Moretti P.* [et al.] // Ferroelectric. 1992. Vol. 128. P. 13.; *Zhang L.* [et al.] // J. Appl. Phys. 1991. Vol. 69. P. 3440; *Mussi V.* [et al.] // Appl. Phys. Lett. 2003. Vol. 82, № 22. P. 3886–3888). Гетероструктуры по известному способу получали путем имплантации ионов гелия  $He^+$  или водорода  $H^+$  в поверхностные слои неподвижных заготовок на базе кристаллов YAG или  $LiNbO_3$  или LiF. Например, для получения гетероструктур использовались неподвижные заготовки в виде полированных кристаллов LiF размерами  $5 \times 5 \times 1$  мм<sup>3</sup>, которые облучались при температуре 20 °С ионами  $He^+$  с энергией 1,5 или 2,0 МэВ и флюенсами от  $6 \cdot 10^{13}$  до  $2,5 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (*Somma F.* [et al.] // Appl. Phys. Lett. 2003. Vol. 82, № 22. P. 3886–3888.). Облучение приводило к образованию дефектного слоя с измененным коэффициентом преломления, зависящим от доз облучения. Однако известный способ, использующий неподвижную облучаемую заготовку, непригоден для получения гетероструктур в виде кристалловолокон, непригоден для получения трубчатых кристалловолоконных гетероструктур.

Известен способ получения гетероструктур из заготовок на основе кристаллов LiF методом литографии с использованием электронных пучков (*Montecchi M., Montereali R. M., Nichelatti E.* // Opt. Mater. 2001. Vol. 17. P. 347). Такие гетероструктуры предназначены для обеспечения генерации, ограничения (ослабления) и усиления света в активных одномодовых канальных волноводах и необходимы для получения миниатюрных широкополосных оптических усилителей и лазеров, совместимых с интегральными оптическими элементами. Однако известный способ непригоден для получения гетероструктур в виде волокон, непригоден для получения трубчатых кристалловолоконных гетероструктур.

Известен способ приготовления гетероструктур в виде планарных скинтилляционных экранов на основе заготовок из кристаллов LiF или NaF путем облучения этих кристаллов через металлическую сетку с размером ячеек 6–10 мкм пучком ионов  $He^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ при флюенсе пучка  $10^{18} - 2 \cdot 10^{19}$  м<sup>-2</sup> (Пат. 2243573 РФ). В результате облучения в приповерхностном слое незакрытых металлической сеткой от пучка ионов участках за-

готовки из кристаллов LiF или NaF создается повышенное содержание дефектов – агрегатных центров окраски, являющихся центрами свечения, играющих роль микросцинтилляционных ячеистых сенсоров, обеспечивающих визуализацию рентгеновского излучения с высоким пространственным разрешением в соответствии с шагом (от единиц до десятков микрон) металлической радиационно-стойкой сетки, через которую проводится облучение. Таким образом, известный способ пригоден только для изготовления планарных гетероструктур и непригоден для получения гетероструктур в виде волокон, непригоден для получения трубчатых кристалловолоконных гетероструктур.

Известен способ получения гетероструктур из заготовок на основе кристаллов LiF (*Bonfigli F.* [et al.] // *Optical Materials.* 2003. Vol. 24. P. 291–296). Способ изготовления гетероструктур связан с наведением в заготовках из кристаллов LiF агрегатных  $F_2^-$  и  $F_3^+$ -центров окраски (с поглощением в области 450 нм) при облучении неподвижных заготовок ионами  $He^+$  с энергией 1,5–2,0 МэВ и флюенсом от  $2,5 \cdot 10^{13}$  до  $2,5 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Однако известный способ изготовления гетероструктур не пригоден для изготовления гетероструктур в виде волокон, непригоден для получения трубчатых кристалловолоконных гетероструктур, поскольку он не обеспечивает облучения волокон по всей их цилиндрической поверхности.

Известны способы изготовления кристалловолокон фторида натрия методом микровытягивания (Micro Pulling Down) и методом лазерного разогрева (Laser Heated Pedestal Growth method) (Выращивание волоконных монокристаллов фторида натрия и их свойства. Часть I / *K. Lebbou* [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ–УПИ. 2003. Вып. 15. С. 114–121). Однако известные методы позволяют изготавливать только однородные кристалловолоконна, которые не являются гетероструктурами.

Из всех известных способов изготовления гетероструктур наиболее близким к заявляемому является способ получения гетероструктур из заготовок в виде большеразмерных кристаллов на основе фторида натрия путем облучения последних пучками ионов  $He^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ или ионами азота  $N^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ и флюенсами в интервале  $10^{13}$ – $10^{16}$  см<sup>-2</sup> (Влияние ионных пучков на оптические свойства кристаллов

(Li,Na)F:U,Cu / Б. В. Шульгин [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 1998. Вып. 1 С. 40–46; Радиационно-стимулированная агрегация элементарных дефектов в кристаллах NaF:U,Me, вызванная облучением ионами гелия и электронами / М. К. Сатыбалдиева [и др.] // Физика и химия обработки материалов. 2000. № 5. С. 5–8). Получаемые таким способом гетероструктуры с  $F_2^-$  и  $F_3^+$  агрегатными центрами окраски оказываются стабильными при комнатной температуре, по крайней мере, в течение двух лет. Однако этим способом кристалловолоконные структуры получить невозможно.

В предлагаемом способе для изготовления гетероструктур в качестве заготовки, подвергаемой облучению пучками ионов, используют волоконный кристалл фторида лития или натрия, выращенный предварительно из расплава методом микровытягивания (Micro Pulling Down) либо методом лазерного разогрева (Laser Heated Pedestal Growth) (Fiber crystal growth from the melt / Editor T. Fukuda. Berlin: Springer Verlag. 2003; Выращивание волоконных монокристаллов фторида натрия и их свойства. Часть I / К. Lebbou [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ–УПИ. 2003. Вып. 15. С. 114–121). В результате выращивания кристалловолокон (волоконных кристаллов), как по методу микровытягивания, так и по методу лазерного разогрева, могут быть получены достаточно длинные (до метра) гибкие нитевидные волокна с правильным круглым поперечным сечением диаметром от 0,01–0,03 до 1,5 мм (и более), обладающие при этом структурой монокристалла практически по всему объему. Получить аналогичные заготовки классическими методами выращивания (Чохральский, Киропулос, Стогбаргер и др.) не представляется возможным.

В предлагаемом способе изготовления гетероструктур выращенной кристалловолоконной заготовке из фторида лития или натрия придают вращение вокруг своей оси со скоростью 60–80 об/мин и помещают вращающуюся заготовку облучаться под пучок ионов, направленный перпендикулярно оси вращения. В качестве пучка ионов используют пучок ионов гелия  $He^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ и флюенсом в пределах от  $2 \cdot 10^{15}$  до  $2 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> или пучок ионов азота  $N^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ и флюенсом в пределах от  $5 \cdot 10^{14}$  до  $8 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>. Во время облучения заготовки

при ее вращении вся ее боковая (цилиндрическая) поверхность подвергается воздействию ионного пучка (фиг. 1), который модифицирует последнюю: формирует в приповерхностном слое заготовки глубиной до нескольких микрон дефекты в виде агрегатных центров окраски  $F_2^-$  и  $F_3^+$ -типа. Эти центры окраски изменяют коэффициент преломления приповерхностного слоя волокна. За счет того что пучок ионов полностью поглощается в приповерхностном слое толщиной в несколько микрон, ионы не могут проникнуть во внутреннюю часть волокна – она остается нетронутой и ее коэффициент преломления не меняется. Таким образом, формируется кристалловолоконная гетероструктура (слоистая структура).



Фиг. 1. Схема получения гетероструктуры по предлагаемому способу

Расчет распределения выделения энергии пучка ионов по глубине, проведенный на примере кристаллов фторида натрия, полученный с использованием метода Монте-Карло (Радиационно-стимулированная агрегация элементарных дефектов в кристаллах  $NaF:U, Me$ , вызванная облучением ионами гелия и электронами / *М. К. Сатыбалдиева* [и др.] // Физика и химия обработки материалов. 2000. № 5. С. 5–8), показывает, что при ионном облучении (в отличие, например, от электронного) основное энергосодержание и, соответственно, основной процесс дефектообразования (образование  $F_2^-$  и  $F_3^+$ -центров окраски) происходит не непосредственно на поверхности, а на некоторой глубине, т. е. облучение кристаллов

NaF ионами позволяет создавать нужный сорт центров окраски на определенной глубине. Тем самым получаемая гетероструктура становится более устойчивой к соскабливанию, к истиранию. Приповерхностный модифицированный слой с образовавшимися  $F_2^-$  и  $F_3^+$ -центрами окраски образует трубчатую поверхностную часть волоконной гетероструктуры – своеобразный люминесцентный чехол с интенсивным ярко красным свечением. Изготовленная кристалловолоконная гетероструктура характеризуется высокой стабильностью наведенных центров окраски (вплоть до нескольких лет) и отличается повышенной сцинтилляционной активностью с длительностью сцинтилляций до 3–4 нс и длиной волны люминесценции 550–650 нм.

*Пример 1.* Для изготовления гетероструктуры вначале выращивают волоконный кристалл (кристалловолокно) NaF методом микровытягивания (скорость вытягивания 0,7 мм/мин, температура расплава 1040 °C). Выращенное волокно NaF имеет диаметр ~ 0,1–0,5 мм и длину 25–70 мм. Кристалловолокно вставляют в цанговый держатель с приводом, обеспечивающим вращение волокна вокруг своей оси, и устанавливают в камере облучения циклотрона. Облучение ведут в вакууме при скорости вращения заготовки 60 об/мин слегка расфокусированным пучком ионов  $He^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ до флюенса  $2 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Ширина пучка выбирается соответствующая длине облучаемой части волокна: 15–50 мм. Изготовленная гетероструктура имеет вид волокна с активной частью, равной длине облученного участка. Спектр свечения волоконной гетероструктуры имеет максимум при 550–650 нм. Длительность сцинтилляций при возбуждении импульсными пучками электронов не превышает 4 нс. Сцинтилляции возникают в трубчатом цилиндрическом чехле, образованном дефектным приповерхностным слоем, имеющим толщину ~ 6 мкм. Такая гетероструктура имеет вид трубчатой кристалловолоконной гетероструктуры, она совместима с волоконными линиями оптической связи и может быть использована в качестве терминального радиационно-чувствительного сцинтилляционного датчика для регистрации электронного или гамма-излучения.

*Пример 2.* Изготовление заготовки для гетероструктуры на основе NaF ведут как в примере 1, но облучение проводят пучком ионов  $He^+$

с энергией  $3 \pm 2$  МэВ до флюенса  $5 \cdot 10^{14}$  ион/см<sup>2</sup> при скорости вращения 1 об/мин. Спектр свечения такой волоконной гетероструктуры похож на спектр свечения гетероструктуры из примера 1, однако гетероструктура неоднородна из-за низкой скорости вращения, а интенсивность свечения понижена, что связано с малой концентрацией образовавшихся в результате облучения центров окраски. Такая гетероструктура не может быть рекомендована для практических применений из-за низкой чувствительности к регистрируемому электронному и гамма-излучению.

*Пример 3.* Изготовление заготовки для гетероструктуры на основе NaF ведут как в примере 1, но облучение проводят пучком ионов азота N<sup>3+</sup> с энергией  $16 \pm 6$  МэВ до флюенса  $8 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> при скорости вращения 80 об/мин. Спектр свечения полученной волоконной гетероструктуры похож на спектр свечения гетероструктуры из примера 1 с максимумом при 550–650 нм, соответствующим свечению F<sub>2</sub><sup>-</sup> и F<sub>3</sub><sup>+</sup>-центров. Сцинтилляции возникают в трубчатом цилиндрическом чехле, образованном дефектным приповерхностным слоем, имеющим толщину ~ 4 мкм. Такая гетероструктура, будучи волокном, совместима с волоконными линиями оптической связи и может быть использована в качестве терминального радиационно-чувствительного сцинтилляционного датчика для регистрации электронного или гамма-излучения.

*Пример 4.* Изготовление заготовки для гетероструктуры на основе NaF ведут как в примере 1, но облучение проводят пучком ионов азота N<sup>3+</sup> с энергией  $16 \pm 6$  МэВ до флюенса  $8 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> при скорости вращения 120 об/мин. Спектр свечения такой волоконной гетероструктуры похож на спектр свечения гетероструктуры их примера 3, однако интенсивность свечения оказывается пониженной, что связано с большой концентрацией образовавшихся в результате облучения центров окраски, на которых происходит частичное самопоглощение собственной люминесценции. Кроме того, при больших скоростях вращения для длинных волокон наблюдаются биения. В связи с этим волокно может испытывать чрезмерные центробежные ускорения, что может приводить к поломке волокна и нарушению процесса получения гетероструктуры. Однако в том случае, если такая гетеро-



структура и будет получена, она будет в меньшей степени пригодна для практических применений, чем гетероструктуры из примеров 1 и 3.

*Пример 5.* Для изготовления гетероструктуры вначале выращивают волоконный кристалл (кристалловолокно) LiF методом микровытягивания (скорость вытягивания 0,6 мм/мин, температура расплава 980 °С). Выращенное волокно LiF имеет диаметр ~ 0,05–0,2 мм и длину 25–50 мм. Волокно вставляют в цанговый держатель с приводом, обеспечивающим вращение волокна вокруг своей оси, и устанавливают в камере облучения циклотрона. Облучение ведут в вакууме пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ до флюенса  $2 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> при скорости вращения волокна 70 об/мин. Ширина пучка выбирается соответствующей длине облучаемой части волокна: 10–35 мм. Изготовленная гетероструктура имеет вид кристалловолокна с активной частью, равной длине облученного участка. Спектр свечения активной части волоконной гетероструктуры имеет максимум при 550–600 нм. Длительность сцинтилляций при возбуждении импульсными пучками электронов не превышает 8 нс. Сцинтилляции возникают в трубчатом цилиндрическом чехле, образованном дефектным приповерхностным слоем, имеющим толщину ~ 7 мкм. Такая гетероструктура, будучи волокном, совместима с волоконными линиями оптической связи, как и в примерах 1 и 3.

*Пример 6.* Изготовление заготовки для гетероструктуры на основе LiF ведут как в примере 5, но облучение проводят пучком ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ до флюенса  $5 \cdot 10^{14}$  ион/см<sup>2</sup> со скоростью 60 об/мин. Спектр свечения такой волоконной гетероструктуры похож на спектр свечения гетероструктуры из примера 5. Сцинтилляции возникают в трубчатом цилиндрическом чехле, образованном в дефектном приповерхностном слое, имеющим толщину ~ 5 мкм. Такая гетероструктура, будучи волокном, имеет вид трубчатой волоконной гетероструктуры, она совместима с волоконными линиями оптической связи.

*Пример 7.* Изготовление заготовки для гетероструктуры на основе LiF ведут как в примере 5, но облучение проводят пучком ионов  $\text{N}^{3+}$  с энергией 27 МэВ до флюенса  $5 \cdot 10^{14}$  ион/см<sup>2</sup> при скорости вращения 80 об/мин. В результате такого облучения в приповерхностном слое фор-

мируются сложный набор центров окраски и свечения. Спектр свечения имеет усиленную компоненту в синей области. Свечения, аналогичного свечению из примера 6, не наблюдается. Такая гетероструктура в меньшей степени пригодна для практических применений, чем гетероструктуры из примеров 1 и 3, 5, 6.

*Пример 8.* Изготовление гетероструктуры на основе LiF ведут как в примере 5, но облучение проводят пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 0,5 МэВ до флюенса  $5 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> при скорости вращения 80 оборотов в минуту. В результате такого облучения в приповерхностном слое формируются агрегатные центры окраски и свечения в виде поверхностного чехла. Однако глубина расположения слоя оказывается меньше 1 мкм и слой подвержен быстрому истиранию. Такая гетероструктура в меньшей степени пригодна для практических применений, чем гетероструктуры из примеров 1 и 3, 5, 6.

#### **Формула изобретения**

*Способ изготовления гетероструктур, включающий облучение заготовки из фторида лития или натрия пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ и флюенсом в пределах от  $2 \cdot 10^{15}$  до  $2 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> или ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ и флюенсом в пределах от  $5 \cdot 10^{14}$  до  $8 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>, отличающийся тем, что в качестве заготовки используют кристалловолокно фторида лития или натрия, предварительно выращенное методом микровытягивания или лазерного разогрева, после чего кристалловолокну придают вращение вокруг своей оси со скоростью 60–80 об/мин и облучают вращающееся кристалловолокно пучком ионов, направленным перпендикулярно оси вращения кристалловолокну.*

## Патент 2297015 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 3/06

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2297015 РФ. Сцинтилляционный детектор /  
Б. В. Шульгин, В. Ю. Иванов, Т. С. Королева, А. И. Кос-  
се, В. Л. Петров, Д. В. Райков, А. Н. Черепанов,  
А. А. Чудиновских. Заявл. 08.02.2006; опубл.  
10.04.2007. Бюл. №10.

### Реферат

Использование: для обнаружения источников нейтронов, радиоактивных веществ и делящихся материалов в системах радиационного мониторинга местностей и морских акваторий, для индивидуальной дозиметрии. Сущность: применение сцинтиллятора шарообразной формы с отражающим покрытием, вследствие чего все сцинтилляции, возникающие в нем, фокусируются в центре шара, где располагаются PIN-фотодиоды. Технический результат: повышение эффективности регистрации излучения.

### Описание изобретения

Изобретение относится к детекторам ядерных гамма- и нейтронного излучений и может быть использовано для обнаружения источников нейтронов, радиоактивных веществ и делящихся материалов в системах радиационного мониторинга местностей и морских акваторий, в системах индивидуальной дозиметрии, в системах таможенного радиационного контроля, обнаружения и учета ядерных и радиоактивных материалов на границах страны, а также в любых зонах контроля, оговоренных международными соглашениями.

Известен сцинтилляционный детектор гамма-излучения (*Горн Л. С. Современные приборы для измерения ионизирующих излучений / Л. С. Горн, Б. И. Хазанов. М.: Энергоатомиздат, 1989. 232 с.*), в котором в качестве фотоприемника используют фотоэлектронный умножитель (ФЭУ), а в качестве сцинтиллятора используют кристалл CsI:Tl в форме цилиндра. Кристалл CsI:Tl имеет плотность 4,51 г/см<sup>3</sup>, световыход сцинтилляций до 0,45 относительного такового для NaI:Tl, максимум свечения

при 565 нм, длительность сцинтимпульса 450 нс. Однако недостатками такого сцинтилляционного детектора является невысокий уровень светосбора сцинтилляций из-за цилиндрической формы кристалла, а также большие габариты и вес ФЭУ, высоковольтное питание для ФЭУ.

Известен сцинтилляционный детектор гамма-излучения (Пат. 3382368 США), включающий сцинтиллятор  $\text{BaF}_2$  (плотность 4,88 г/см<sup>3</sup>) и фотоэлектронный умножитель. Детектор имеет малую длительность сцинтилляций (< 50 нс). Однако сцинтилляционный кристалл  $\text{BaF}_2$  из-за цилиндрической формы имеет невысокий уровень светосбора сцинтилляций. Кроме того, максимум спектра свечения  $\text{BaF}_2$  лежит в ультрафиолетовой области спектра,  $\lambda = 220$  нм, т. е. кристалл  $\text{BaF}_2$  непригоден при работе детектора в режиме фотодиодной регистрации из-за нечувствительности PIN-фотодиодов к ультрафиолетовому свету. Недостатком известного сцинтилляционного детектора на основе  $\text{BaF}_2$  является также то, что используемый в нем в качестве фотоприемника ФЭУ имеет большие размеры и вес, требует высоковольтного питания, что увеличивает габариты, вес и стоимость детектора в целом.

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов (Пат. 3382368 США), включающий замедлитель из полиэтилена или полипропилена, сцинтиллятор  ${}^6\text{LiI:Eu}$  цилиндрической формы и ФЭУ. Сцинтиллятор имеет плотность 4,06 г/см<sup>3</sup>, сцинтилляционную эффективность 0,2–0,3 относительно таковой для  $\text{NaI:Tl}$  и длину волны люминесценции 460 нм. Однако недостатками такого сцинтилляционного детектора являются невысокий уровень светосбора сцинтилляций из-за цилиндрической формы кристалла. Кроме того, сцинтилляционный детектор на основе  ${}^6\text{LiI:Eu}$  имеет очень большую длительность сцинтилляции ( $\tau = 1,4$  мкс), требует высоковольтного питания для ФЭУ, имеет большие габариты и вес фотоприемного устройства.

Известен сцинтилляционный детектор (Пат. 3398278 США) быстрых нейтронов, включающий замедлитель из полиэтилена, сцинтиллятор  $\text{ZnS:Ag}$  и ФЭУ. Сцинтиллятор (Иванов В. И. Курс дозиметрии / В. И. Иванов. М.: Атомиздат, 1970. 392 с.) имеет световыход, в 2 раза превышающий световыход  $\text{NaI:Tl}$ , максимум спектра излучения сцинтиллятора расположен при 450 нм. Однако такой детектор имеет большую длительность

сцинтилляций  $\sim 1\text{--}2$  мкс, не обеспечивает высокой загрузочной способности, имеет большие габариты и вес фотоприемника (ФЭУ).

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов (*Rodes N. J. The role of inorganic scintillators in neutron detector technology. / N. J. Rodes, M. W. Jonson. Proceedings of the Int. Conf. on inorganic scintillators and their applications. 1996, Delft, Netherlands. P. 73–80*), включающий сцинтиллятор  $\text{ZnS(Ag):}^6\text{Li}$  и ФЭУ. Однако такой детектор имеет большую длительность сцинтилляций ( $\tau = 1\text{--}2$  мкс) и не обеспечивает повышенной загрузки. Кроме того, он имеет большие габариты, связанные с большими размерами ФЭУ, большой вес, требует высоковольтного питания.

Известен сцинтилляционный детектор (Неорганические сцинтилляционные материалы / *Л. В. Викторов* [и др.] // Изв. АН СССР. Неорг. материалы. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005–2029; *Тинг С. Установка ЛЗ, ЛЭП (ЦЕРН): препринт / С. Тинг. Л.: ЛИЯФ, 1987. 52 с.; Фотодиодные сцинтилляционные детекторы. Photodiode Scintillation Detectors SRD-200. Проспект фирмы SCIONIX Holland, 1992. 2 с.*), включающий сцинтиллятор  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  и фотодиод, используемый, в частности, в экспериментах в Европейском ядерном центре (ЦЕРН) на ускорителях коллайдерного типа. Детектор имеет световой выход сцинтилляций на уровне 0,1 относительно такового для  $\text{NaI:Tl}$  и длительность свечения  $\tau = 300$  мкс. Недостатком такого сцинтилляционного детектора является невысокий уровень светосбора сцинтилляций из-за использования кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  цилиндрической формы или в форме удлиненных параллелепипедов (в ЦЕРНе).

Известен сцинтилляционный детектор фирмы SCIONIX Holland (Фотодиодные сцинтилляционные детекторы. Photodiode Scintillation Detectors SRD-200. Проспект фирмы SCIONIX Holland, 1992. 2 с.) с фотодиодной регистрацией, содержащий сцинтиллятор, фотодиод и блок обработки сигналов, пригодный для обнаружения рентгеновского ( $> 60$  кэВ) и гамма-излучения. Кристалл имеет форму цилиндра с размерами: диаметр – 40 мм, высота – 50 или 70 мм. В детекторе используют кристалл  $\text{CsI:Tl}$   $10 \times 10 \times 10 \text{ мм}^3$ , максимум спектра люминесценции которого расположен при 565 нм, и кремниевый PIN-фотодиод. Известный сцинтилляционный детектор с фотодиодной регистрацией обладает длительностью сцинтиллимпульса  $\tau = 450$  мкс, имеет размеры чувствительной поверхности  $1 \text{ см}^2$

и малый чувствительный объем до  $5\text{--}7\text{ см}^3$ , поскольку размер одной из граней кристалла, сочетанной с фотодиодом, диктуется размерами приемного окна PIN-фотодиода ( $1\text{ см}^2$ ).

Из всех известных сцинтилляционных детекторов гамма- и нейтронного излучений наиболее близким к заявляемому является устройство (Пат. 2248588 РФ), которое содержит сцинтиллятор (чувствительный либо к гамма-излучению, либо к нейтронам), находящийся с ним в оптическом контакте сместитель спектра вместе со светособирающим световодом, который находится в оптическом контакте с PIN-фотодиодом. Все эти элементы детектора помещены в единый корпус. Известное устройство работает в двух (регистрация гамма или нейтронов) функциональных режимах. В случае регистрации гамма-излучения в качестве сцинтилляционного кристалла используют кристалл  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5\text{:Ce}$  диаметром до 4 см и более (т. е. с площадью рабочей грани  $\sim 12,6\text{ см}^2$  и более). В кристалле возникают быстрые световые вспышки (сцинтилляции) с длительностью 20 нс. Их спектр свечения расположен в синей области с максимумом при 420 нм. Далее с помощью сместителя спектра коротковолновое свечение преобразуется в длинноволновое и направляется на PIN-фотодиод, который работает либо в счетном, либо в спектрометрическом режимах и дает информацию либо о мощности дозы, либо о спектре гамма-излучения. В случае режима регистрации нейтронов в качестве сцинтиллирующего кристалла используют кристалл стиблена, излучение которого через сместитель спектра и через светособирающий световод поступает на PIN-фотодиод. Недостатком известного сцинтилляционного детектора является невысокий уровень светосбора сцинтилляций из-за того, что конструкция детектора не позволяет обеспечивать проведение измерений в 4 $\pi$ -геометрии.

Задачей настоящего изобретения является повышение уровня (степени) светосбора сцинтилляций, обеспечивающее повышение чувствительности сцинтилляционного детектора. Это достигается за счет того, что в сцинтилляционном детекторе, включающем размещенные в едином корпусе сцинтиллятор, регистрирующий либо гамма-, либо нейтронное излучение, PIN-фотодиод, кабельный канал и блок обработки сигналов, сцинтиллятор выполнен в виде шара, состоящего из 2 полусфер, находящихся друг с другом в оптическом контакте, а сцинтилляционный детектор

дополнительно содержит отражающее покрытие в виде пленки, нанесенной на поверхности полусфер, и 2-й PIN-фотодиод, установленный к 1-му PIN-фотодиоду «спина к спине» в центре шарового сцинтиллятора, в котором имеется полость для размещения PIN-фотодиодов и кабельный канал для вывода их электрических контактов к блоку обработки сигналов. Кроме того, PIN-фотодиоды могут быть выполнены в виде полусфер, при установке образуя форму шара.

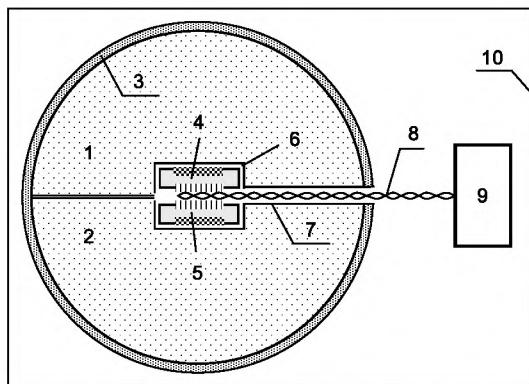
Выполнение сцинтиллятора не в виде цилиндра или параллелепипеда, а в виде шара, состоящего из двух полусфер и играющего одновременно роль световода, снабженного светоотражающей (световозвращающей) пленкой, собирающей в условиях 4 $\pi$ -геометрии все сцинтилляции в одном фокусе, в котором расположено фотоприемное устройство из двух PIN-фотодиодов, позволило повысить эффективность регистрации излучения предлагаемым сцинтилляционным детектором.

На фиг. 1 представлена схема сцинтилляционного детектора с плоскими PIN-фотодиодами, на фиг. 2 – схема сцинтилляционного детектора со сферическими PIN-фотодиодами.

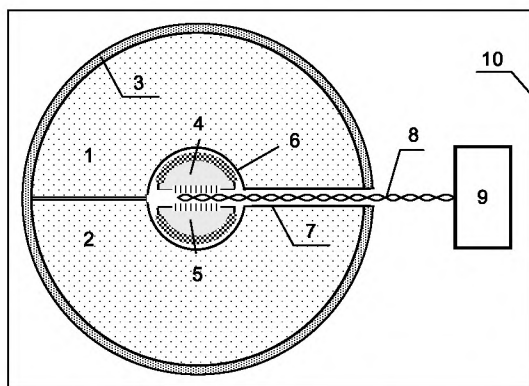
Заявляемое устройство содержит сцинтиллятор в форме шара, состоящего из двух полусфер 1 и 2, отражающее покрытие 3 в виде пленки, нанесенной на поверхность полусфер 1 и 2, два плоских PIN-фотодиода 4 и 5 (фиг. 1) либо два PIN-фотодиода, выполненных в виде полусфер (фиг. 2), которые при сборке образуют форму шара, установленные в полость 6 в центре полусфер 1 и 2 и расположенные «спина к спине», канал 7 для связи PIN-фотодиодов, которые при помощи кабеля 8 соединены с блоком обработки сигналов 9, помещенные в единый корпус 10.

Сущность изобретения заключается в том, что вследствие шарообразной формы сцинтиллятора (CsI:Tl, или Bi<sub>4</sub>Ge<sub>3</sub>O<sub>12</sub>, или Lu<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>:Ce – при регистрации гамма-излучения; стильбен – при регистрации нейтронов) все сцинтилляции, возникающие в полусферах 1 и 2 шара, будут благодаря отражающему покрытию 3 фокусироваться в центре шара, в месте расположения PIN-фотодиодов 4 и 5. В этом случае объем сцинтилляционного кристалла не лимитируется размерами входного окна PIN-фотодиодов, расположенных в центре детектора «спина к спине». Отличительной особенностью предлагаемого изобретения является новая шаровая конструкция сен-

сорного элемента детектора – сцинтиллятора. Такая конструкция обеспечивает  $4\pi$ -геометрию светосбора сцинтилляций и  $4\pi$ -геометрию измерения радиации и повышает чувствительность сцинтилляционного детектора.



Фиг. 1. Схема сцинтилляционного детектора с плоскими PIN-фотодиодами



Фиг. 2. Схема сцинтилляционного детектора со сферическими PIN-фотодиодами

Устройство работает в двух функциональных режимах (регистрация гамма-излучения или нейтронов) следующим образом. В случае регистра-



ции гамма-излучения используют сцинтиллятор CsI:Tl, изготовленный в виде двух полусфер с небольшой полостью точно в центре полусфер и узким кабельным каналом для вывода и передачи сигналов с PIN-фотодиодов на блок обработки сигналов. Две полусферы, образующие шаровой сцинтиллятор, имеют между собой оптический контакт. Сцинтилляции, возникающие в кристалле CsI:Tl, имеют длину волны излучения 565 нм и надежно регистрируются PIN-фотодиодами фирмы Hamamatsu, которые работают либо в счетном, либо в спектрометрическом режимах. Это дает информацию либо о плотности потока гамма-излучения, либо о спектре гамма-излучения. Последнее необходимо для обнаружения и идентификации гамма-излучения. Предлагаемая шаровая конструкция является идеальной для проведения низкофоновых измерений. Она обеспечивает максимально возможную чувствительность вследствие реализуемой  $4\pi$ -геометрии измерения. При низкофоновых измерениях большая длительность сцинтилляций кристалла CsI:Tl 450 нс не является недостатком, поскольку из-за низкой величины фона загрузка детектора невелика (меньше, чем  $10^3$  имп/с) и наложения импульсов не происходит.

Кроме того, плотность CsI:Tl достаточно высока  $4,51 \text{ г/см}^3$  и эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}}$  для CsI:Tl достаточно высок ( $Z_{\text{эф}} = 54$ ), что обеспечивает высокую эффективность регистрации гамма-излучения практически всех радиоактивных изотопов. Последнее является необходимым условием для обеспечения радиационного мониторинга территорий и зон хранения радиоактивных отходов.

Совершенно аналогичное устройство используется в случае применения сцинтиллятора на основе ортогерманата висмута  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO). Сцинтилляции, возникающие в кристалле BGO имеют длину волны излучения 565 нм и надежно регистрируются PIN-фотодиодами фирмы Hamamatsu. Длительность сцинтилляций такого детектора 300 нс, что не влияет на качество низкофоновых измерений из-за низкой плотности, в том числе потока  $\gamma$ -излучения.

Аналогичное устройство используется в случае применения сцинтиллятора на основе кристалла  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5\text{:Ce}$ . Однако сцинтилляции, возникающие в кристалле  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5\text{:Ce}$ , имеют максимум длины волны излучения в синей области спектра и для надежной их регистрации с помощью PIN-

фотодиодов между PIN-фотодиодами и шарообразным сцинтиллятором дополнительно устанавливают сместитель спектра, выполненный в виде тонкой пленки или покрытия. Сместитель спектра смещает максимум длины волны излучения сцинтиллятора из синей области спектра в красную, что позволяет надежно регистрировать прошедшие сместитель спектра сцинтилляции с помощью PIN-фотодиодов фирмы Hamamatsu.

В случае режима регистрации нейтронов используется аналогичное устройство, но в качестве сцинтилляционного кристалла используют кристалл стильбена, обладающий синим свечением с длиной волны  $\lambda = 390$  нм. В этом случае, как и для кристалла  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$ , обязательно используют сместитель спектра, позволяющий регистрировать излучение сцинтиллятора PIN-фотодиодами.

### **Формула изобретения**

1. *Сцинтилляционный детектор*, включающий размещенные в едином корпусе сцинтиллятор, регистрирующий либо гамма-, либо нейтронное излучение, PIN-фотодиод, кабельный канал и блок обработки сигналов, *отличающийся тем, что* сцинтиллятор выполнен в форме шара, состоящего из двух полусфер, находящихся друг с другом в оптическом контакте, а сцинтилляционный детектор дополнительно содержит отражающее покрытие в виде пленки, прилегающей к поверхности полусфер, и второй PIN-фотодиод, установленный к первому PIN-фотодиоду «спина к спине» в центре шарового сцинтиллятора, в котором выполнены полости для размещения PIN-фотодиодов и кабельный канал вывода их электрических контактов к блоку обработки сигналов.

2. *Сцинтилляционный детектор* по п.1, *отличающийся тем, что* PIN-фотодиоды имеют полусферическую форму.

**Патент 2297648 РФ**

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СЦИНТИЛЛИРУЮЩЕГО  
СОСТАВА ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ НЕЙТРИНО**

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 3/06

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2297648 РФ. Способ получения сцинтиллирующего состава для регистрации нейтрино / Б. В. Шульгин, Г. С. Денисов, Е. В. Вараксина, В. Ю. Иванов, А. В. Ищенко, Т. С. Королева, Д. В. Райков, А. Н. Черепанов. Заявл. 26.12.2005; опубл. 20.04.2007. Бюл. № 11.

**Реферат**

Применение: регистрация нейтрино и антинейтрино. Сущность: сцинтиллирующий состав для регистрации нейтрино на основе фторида натрия, активированного иттербием и ураном, дополнительно содержит связанный кислород при следующем соотношении компонентов, мол. %: NaF (99,97–99,6); YbF<sub>3</sub> (0,01–0,3); UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (0,01–0,05); кислород (0,01–0,05). Технический результат: повышение эффективности регистрации нейтрино.

**Описание изобретения**

Изобретение относится к области ядерной физики, астрофизики и физики высоких энергий, конкретно к области технологии регистрации нейтрино и антинейтрино (далее – нейтрино), включая солнечные, космические, реакторные нейтрино, нейтрино, получаемые с помощью ускорителей; оно пригодно для создания нейтринных телескопов, нейтринных детекторов и нейтринных детекторных комплексов наземного и космического базирования, пригодных для удаленного, включая трансземное, обнаружения стационарных и мобильных ядерных реакторных и ускорительных установок и для астрофизических исследований.

Нейтрино  $\nu$  и антинейтрино  $\bar{\nu}$  обладают огромной проникающей способностью вследствие их чрезвычайно низкого сечения взаимодействия с большинством ядер элементов. Например, сечение взаимодействия антинейтрино с ядрами водорода (наиболее часто использующимися при детек-

тировании в составе большеобъемных жидких или пластиковых сцинтилляционных детекторов) по реакции

$$\tilde{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n, \quad (1)$$

равно  $\sigma_{\tilde{\nu}_e} = 9,4 \cdot 10^{-44} \text{ см}^2$ . (Большой энциклопедический словарь. Физика / Ред. А. М. Прохоров. М. Большая Российская энциклопедия, 1998. 944 с.) Нейтрино и антинейтрино отличаются своим происхождением: нейтрино рождается в паре с позитроном, а антинейтрино в паре с электроном. Для регистрации нейтрино используют пузырьковые, искровые камеры или сцинтилляционные жидкостные или твердотельные детекторы. Сцинтилляционные детекторы получили широкое распространение.

При регистрации нейтрино (антинейтрино) с помощью жидкостного сцинтиллятора по реакции (1) сцинтилляции в жидком детекторе возникают за счет двух процессов. Первый связан с регистрацией  $\gamma$ -квантов от аннигиляции позитрона  $e^+$  и электрона (два  $\gamma$ -кванта с энергией 0,511 МэВ каждый), второй, смещенный во времени сигнал связан с регистрацией  $\gamma$ -квантов от продуктов реакции нейтрона  $n$  с ядрами элементов, добавляемых в жидкий сцинтиллятор специально для захвата нейтронов ядрами элементов, имеющих повышенное сечение взаимодействия с нейтронами, например, в случае добавки ядер  $^{10}\text{B}$  вследствие реакции  $^{10}\text{B}(n, \alpha, \gamma)^7\text{Li}$  образуются  $\gamma$ -кванты с энергией 0,488 МэВ. Наличие двух последовательных сигналов от этих сцинтилляторов достоверно подтверждает факт регистрации нейтрино. В последнее время в мировой практике для регистрации нейтрино и антинейтрино стали применяться твердотельные сцинтилляционные составы, содержащие либо ядра водорода (пластики), с помощью которых по реакции  $\tilde{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n$  идет регистрация нейтрино, либо содержащие ядра элементов с повышенным сечением взаимодействия с нейтрино (антинейтрино), например, изотопы иттербия  $^{176}\text{Yb}$ . Ниже описаны известные аналоги сцинтилляционных детекторов на жидкой (водородсодержащей) и твердотельной (водородсодержащей и другой) основе.

Известен нейтринный сцинтилляционный детектор (An overview of the KamLAND 1 kiloton Liquid Scintillator / F. Suekane, T. Iwamoto, H. Ogawa, O. Tajima, H. Watanabe // Proceedings of the KEK-RCNP International School and Mini-workshop for Scintillating Crystals and their Applica-

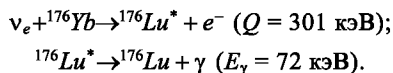
tion in Particle and Nuclear Physics. KEK, Tsukuba, Japan, 2003. P. 279–290). Детектор в виде шарообразного сосуда диаметром 13 м состоит из жидкого сцинтиллятора, имеющего состав 80 об. % нормального додекана + 20 об. % псевдокумена + 1,52 г/л РРО. Регистрация нейтрино проводится по известной реакции  $\tilde{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n$  и далее  $n + p \rightarrow d + \gamma$  (2,2 МэВ). Первые световые вспышки в жидком сцинтилляторе возникают при прохождении позитронов  $e^+$  через жидкий сцинтиллятор и их аннигиляции с электронами. Второй сигнал, связанный с  $\gamma$ -квантами (2,2 МэВ), появляется через 200 мкс после появления позитронного сигнала. Два регистрируемых сигнала обеспечивают достоверность регистрации нейтрино. Однако удельная эффективность регистрации нейтрино таким детектором невысока из-за низкого сечения реакции  $\tilde{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n$ , на уровне  $\approx 9 \cdot 10^{-44} \text{ см}^2$ .

Известен сцинтилляционный детектор нейтрино, именуемый авторами Сци-Бар-детектор (Hirokazu Maesaka. The K2K SciBar Detector // Proceedings of the KEK-RCNP International School and Mini-workshop for Scintillating Crystals and their Application in Particle and Nuclear Physics. KEK, Tsukuba, Japan, 2003. P. 185–198; Hasegawa M. Calibration System of the K2K SciBar Detector // Proceedings of the KEK-RCNP International School and Mini-workshop for Scintillating Crystals and their Application in Particle and Nuclear Physics. KEK, Tsukuba, Japan, 2003. P. 243–248). Известный сцинтилляционный детектор нейтрино содержит 14400 сцинтилляционных блоков – стрипов из пластика (органический сцинтиллятор). Каждый стрип имеет продольный канал, содержащий светособирающее волокно, играющее одновременно роль сместителя спектра. Сенсором, веществом чувствительным к нейтрино, является сцинтиллирующий состав – пластик (водородсодержащее вещество на основе полистирена с добавками РРО (1 мас. %) РОРОР (0,03 мас. %)). Однако в этом сцинтиллирующем составе нейтрино (антинейтрино) регистрируются по реакции  $\tilde{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n$ , имеющей невысокое сечение, равное  $\sigma_{\tilde{\nu}_e} = 9.4 \cdot 10^{-44} \text{ см}^2$ . Таким образом, недостатком известного сцинтиллирующего состава для детектирования нейтрино является его невысокая чувствительность к нейтрино, вследствие невысокого сечения взаимодействия сенсорных ядер с нейтрино. Кроме того, имеется еще один существенный недостаток известного сцинтилляционного детектора нейтрино: плохое согласование

спектра свечения пластика на основе полистирена (с РРО и РОРОР), обладающего фиолетово-синим свечением, со спектральной чувствительностью фотоприемных устройств, поэтому светособирающие волокна вынуждены изготавливать из материала, способного играть роль сместителя спектра: они преобразуют голубое свечение пластика ( $\lambda = 430$  нм) в сине-зеленое свечение ( $\lambda = 476$  нм) и обеспечивают транспортировку сине-зеленого света к многоканальному (64 канала) фотоэлектронному умножителю, играющему роль фотоприемника. Таким образом, волоконные сместители спектра в сцинтилляционном детекторе нейтрино являются критическим компонентом при светосборе. Это специально отмечено в вышеприведенном источнике информации как недостаток.

Известен сцинтиллирующий состав для регистрации нейтрино на основе двух групп волокон: неорганических кристаллических волокон  $\text{AgCl-AgBr-AgI}$  и волокон из пластика – органического  $(\text{CH})_n$  материала (Пат. 2154290 РФ). Такой состав был предложен для глубоководных измерений световых вспышек, вызванных нейтрино, по их реакции  $\tilde{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n$  с ядрами водорода. Однако эффективность регистрации нейтрино таким составом невысока из-за малого сечения реакции  $\tilde{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n$  на ядрах водорода пластика.

Известны сцинтиллирующие составы, содержащие изотоп  $^{176}\text{Yb}$ , для регистрации нейтрино (*Pedriani C. Crystals and thin films for scintillators / C. Pedriani, C. Dujardin, N. Garnier // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2002. Вып. 11. С. 3–29*). Эти составы обеспечивают регистрацию нейтрино за счет реакций:



Сцинтилляционные импульсы, вызванные быстрым электроном и (с задержкой 50 нс) квантом рентгеновского излучения ( $E = 72$  кэВ), достоверно подтверждают факт регистрации нейтрино. Известен сцинтиллирующий состав для регистрации нейтрино на основе граната  $\text{YAG:Yb}$  – полная формула  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Yb}$  (с содержанием Yb 2, 15 и 50 мол. %). Такой детектор характеризуется наносекундными сцинтилляциями со спектром свечения в области 330 (интенсивная) и 500 нм (слабая полоса). Инфра-

красная полоса 1,01 мкм в спектре YAG:Yb, непосредственно связанная с переходами в ионах  $\text{Yb}^{3+}$ , имеет малую интенсивность. Свечение 330 и 480 нм связано с полосами переноса заряда в центрах  $\text{Yb}^{3+} + h_\nu + e_c$  (здесь  $h_\nu$  – дырка в валентной зоне;  $e_c$  – электрон в зоне проводимости). Однако такой состав (регистрация нейтрино имитировалась регистрацией квантов рентгеновского и гамма-излучения) имеет ощутимый световыход сцинтилляций только при температурах не выше 150–170 К. Он не может функционировать при комнатной температуре вследствие температурного тушения сцинтилляций и снижения их интенсивности практически до уровня фона. Аналогичная ситуация зафиксирована (тот же источник информации) для сцинтиллирующих составов для регистрации нейтрино на основе LuAG:Yb(15 %) и YAP:Yb(8 %). Они так же, как и YAG:Yb, не пригодны для регистрации нейтрино при комнатной температуре.

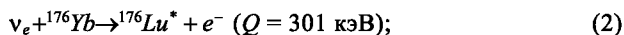
Известны сцинтиллирующие составы на основе кристаллов NaF:U,Me, где Me = Cu, Na, Ti, Pb (*Кидибаев М. М.* Радиационно-стимулированные процессы в кристаллах (Li,Na)F:U,Me / *М. М. Кидибаев*. Каракол; Екатеринбург: ИГУ; УГТУ, 1999. 220 с.). Так, сцинтиллятор состава (мол. %) NaF 99,98–99,9,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01–0,05,  $\text{CuF}_2$  0,01–0,05, работающий в токовый режим, на порядок превышает по световыходу такой сцинтиллятор, как YAG:Ce ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ ). Однако известные сцинтиллирующие составы на основе NaF:U,Me обеспечивают регистрацию нейтрино за счет реакции с ядрами  $^{19}\text{F}$  и  $^{23}\text{Na}$ . Сечение этих реакций недостаточно высоко ( $\sim 10^{-44} \text{ см}^2$ ), поэтому эффективность регистрации нейтрино невысокая.

Известны сцинтиллирующие составы для регистрации нейтрино на основе фторида лития LiF (*Кидибаев М. М.* Радиационно-стимулированные процессы в кристаллах (Li,Na)F:U,Me / *М. М. Кидибаев*. Каракол; Екатеринбург: ИГУ; УГТУ, 1999. 220 с.; *Викторов Л. В., Скориков В. М., Жуков В. М., Шульгин Б. В.* // Неорганические материалы. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005–2029). Так, сцинтилляционный детектор LiF:U,Cu имеет длительность сцинтилляции  $\tau \approx 40$  мкс, длину волны излучения  $\lambda = 525$  нм, эффективный атомный номер  $Z_{\text{эф}} = 8,2$ . Световыход относительно NaI:TI  $C_{\text{отн}} = 5,2\%$ . Другой известный сцинтиллирующий состав для регистрации нейтрино LiF:W (New thermal neutron detector LiF(W) / *T. A. Charkina* [et al.] Book of Abstracts Int. Conf. on Inorganic Scintillators

and Their Applications, SCINT-95, 1995. P. 161) также имеет невысокий световой выход:  $\tau \approx 40$  мкс,  $\lambda = 430$  нм,  $Z_{эф} = 8,2$ ,  $C_{отн} = 3,2$ . Однако известные сцинтиллирующие составы обеспечивают регистрацию нейтрино за счет реакции с ядрами  $^{19}\text{F}$  и  $^7\text{Li}$ . Сечение этих реакций недостаточно высоко ( $\sim 10^{-44}$  см<sup>2</sup>), поэтому эффективность регистрации нейтрино известным сцинтиллирующим составом невысокая.

Известны сцинтиллирующие составы на основе легированных или чистых кристаллов LiF и NaF с центрами окраски LiF:Sc, LiF:U,Cu, NaF:U,Cu (Сцинтилляторы на основе кристаллов LiF и NaF с центрами окраски / Д. В. Райков [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. трудов. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2002. Вып. 10. С. 4–10) с основной полосой свечения в области 600–750 нм (максимум при 670 нм) и длительностью сцинтилляции порядка наносекунд. Красная полоса свечения 660–750 нм сцинтилляторов является основной, ее интенсивность в 3–8 раз превышает интенсивность дополнительных сине-зеленых полос свечения в области 440–520 нм. Природа этих полос связана в основном с центрами окраски F<sub>2</sub>-типа (670 нм) и F<sub>3</sub><sup>+</sup>-типа (440–520 нм). Сцинтилляторы на центрах окраски в легированных или чистых кристаллах LiF и NaF пригодны для регистрации импульсных электронных пучков и для регистрации рентгеновского излучения. Однако применение известных сцинтилляторов на центрах окраски для регистрации нейтрино ограничено из-за низкого сечения взаимодействия последних с ядрами  $^7\text{Li}$  и  $^{19}\text{F}$ .

Наиболее близким к заявленному по составу и выполняемым функциям является сцинтиллирующий состав NaF:Yb (Спектры рентгенолюминесценции кристаллов NaF:Yb / Б. В. Шульгин, Г. С. Денисов, А. С. Бекташов, Е. Н. Вараксина, А. В. Ищенко, Е. А. Меньшикова, Т. В. Хисамбиева, В. С. Черемных // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. трудов. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2005. Вып. 20. С. 43–46). Регистрация нейтрино происходит благодаря реакции:

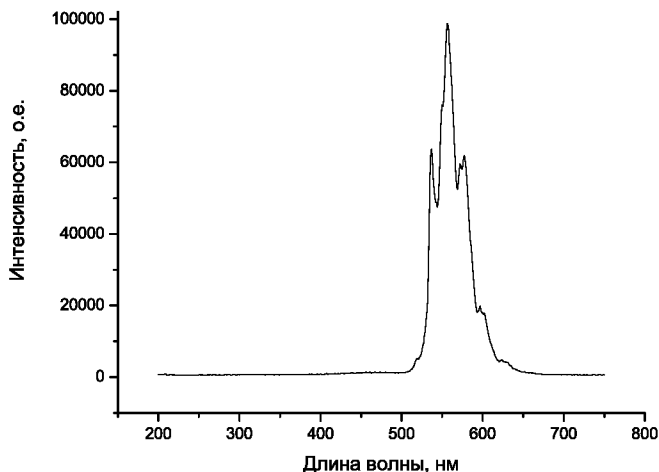


имеющей повышенное сечение. Однако световой выход известного сцинтилляционного детектора (максимумы свечения расположены при длинах волн



480 и 645 нм) очень мал (доли % относительно световыхода NaI:TI), так что эффективность регистрации нейтрино с помощью состава NaF:Yb очень низкая, несмотря на достаточно высокое сечение реакции (2).

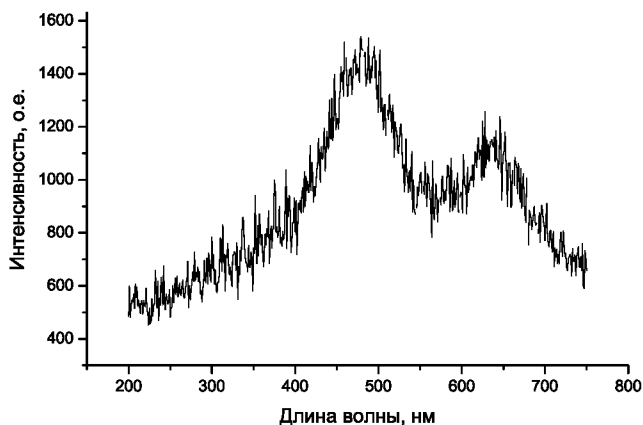
Предлагаемым изобретением решается задача повышения сцинтилляционной эффективности сцинтиллирующего состава для регистрации нейтрино. Заявленный сцинтиллирующий состав для регистрации нейтрино обеспечивающий повышение эффективности регистрации нейтрино, представляет собой фторид натрия с добавками иттербия (изотоп  $^{176}\text{Yb}$ ), урана и кислорода. Он обеспечивает повышение сцинтилляционной эффективности регистрации нейтрино в несколько раз. Сцинтиллирующий состав содержит, мол. %: NaF 99,97–99,60; YbF<sub>3</sub> 0,01–0,3; UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,01–0,05; связанный кислород 0,01–0,05. Спектр рентгенолюминесценции предлагаемого сцинтиллирующего состава NaF:Yb,U,O для регистрации нейтрино показан на фиг. 1. Для сравнения на фиг. 2 показан спектр рентгенолюминесценции прототипа NaF:Yb.



Фиг. 1. Спектр рентгенолюминесценции предлагаемого состава NaF:Yb,U,O для регистрации нейтрино

Регистрация нейтрино имитировалась регистрацией рентгеновского излучения. Как видно из фиг. 1, при рентгеновском возбуждении свето-

выход состава  $\text{NaF:Yb,U,O}$  в 25–30 раз превышает световыход известного сцинтиллирующего состава  $\text{NaF:Yb}$ . Основные полосы свечения сцинтиллирующего состава  $\text{NaF:Yb,U,O}$  расположены в области 518–630 нм с максимумами при 518, 535, 549, 555 (наиболее интенсивная полоса), 571, 578, 596, 603, 623 и 630 нм, что хорошо согласуется со спектральной чувствительностью мультищелочных фотокатодов и PIN-фотодиодов.



Фиг. 2. Спектр рентгенолюминесценции известного состава  $\text{NaF:Yb}$  для регистрации нейтрино

Сущность изобретения заключается в том, что благодаря применению изотопа  $^{176}\text{Yb}$  сцинтиллирующий состав обеспечивает высокую эффективность регистрации нейтрино по двум причинам: за счет высокого сечения взаимодействия нейтрино с веществом детектора по реакциям (2) и (3) и за счет повышенного световыхода сцинтилляций сцинтиллирующего состава. Все это является условием повышенной сцинтилляционной эффективности регистрации нейтрино сцинтиллирующим составом. Пример состава  $\text{NaF:Yb}$  это подтверждает: если световыход сцинтилляций мал, итоговая эффективность регистрации нейтрино будет низкой. У  $\text{NaF:Yb}$  световыход мал, поэтому он не пригоден для регистрации нейтрино. Увеличения световыхода удалось добиться путем добавления примеси иттербия и урана в сочетании со связанным кислородом, в решетку  $\text{NaF}$ . Это обеспе-

чивает создание в  $\text{NaF:Yb,U,O}$  эффективных связанных центров свечения типа  $\text{UO}_5\text{F}$ , что повышает световыход сцинтилляций в 20–30 раз в сравнении с таковым для состава, имеющего только примесь иттербия  $\text{NaF:Yb}$ .

Предлагаемый сцинтиллирующий состав для регистрации нейтрино используют в виде монокристаллов. Указанные пределы содержания фторида натрия, примесей иттербия, урана и кислорода в предполагаемом составе определены требованиями стехиометрии и изоморфной емкости для получения кристаллов с кубической структурой, характеризующихся высоким оптическим качеством. Активирующее действие урана со связанным кислородом в сочетании с высокими оптическими качествами кристаллической матрицы состава обеспечивает повышение сцинтилляционной эффективности регистрации нейтрино, осуществляемой с помощью  $^{176}\text{Yb}$ -изотопа. Отклонение от пределов концентрации  $\text{Yb,U}$  и  $\text{O}$  ведет к уменьшению сцинтилляционной эффективности.

*Пример.* Выращивание монокристаллов  $\text{NaF:Yb,U,O}$  производят из расплава по методу Киропулоса на ориентированные затравки из компонентов особой чистоты марки «ОСЧ». Прокаленные компоненты  $\text{NaF:YbF}_3$  и  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  взвешивают в соответствии с формулой состава и тщательно перемешивают, затем просушивают и расплавляют в платиновом тигле. Выращивание кристалла длиной 2–8 см, диаметром 1,5–2 см ведут методом Киропулоса со скоростью до 1 мм/час при температуре 1000 °С на воздухе. После выращивания кристаллы отжигаются на воздухе при температуре 720–740 °С в течение 2–3 часов. Операция отжига является необходимым условием приведения системы  $\text{NaF:U,Yb,O}$  в состояние, при котором система насыщается примесным кислородом, а примеси  $\text{Yb}^{3+}$  и  $\text{U}^{6+}$  располагаются в регулярных узлах кристаллической решетки, замещая ионы  $\text{Na}^+$  с необходимой компенсацией избыточного заряда  $\text{Yb}^{3+}$  и  $\text{U}^{6+}$  за счет примесных ионов  $\text{O}^{2-}$ , замещающих ионы  $\text{F}^-$ . Регулярное положение примесных ионов  $\text{U}$  в  $\text{Na}^+$  узлах решетки  $\text{NaF}$  подтверждено методом Резерфордского обратного рассеяния при концентрациях урана, ограниченных формулой изобретения. Содержание кислорода сопряжено с содержанием урана. Из кристалла  $\text{NaF:U,Yb,O}$  выкалывают пластинки толщиной 1–5 мм, диаметром 15–20 мм. Для этих образцов измеряют сцинтилляционные характеристики (спектр свечения и световыход), которые приведены в табл. 1.

Таблица 1

Сцинтилляционные характеристики образцов

Состав сцинтиллятора, мол. %				$\lambda_m$ , нм	$C_{отн}$	$\tau_e$ , мкс	$T$ , К
NaF	YbF <sub>3</sub>	UO <sub>2</sub> (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	O				
99,97	0,3	прототип	прототип	480–645	0,03–0,05	—	—
99,6	0,3	0,05	0,05	555 <sup>1)</sup>	~1,0	>40	300
99,97	0,01	0,01	0,01	555 <sup>1)</sup>	~1,0	>40	300
99,7	0,2	0,05	0,05	555 <sup>1)</sup>	~1,0	>40	300
99,0	1,0 <sup>2)</sup>	1,0 <sup>2)</sup>	1,0		~2,0	-	-
Базовый объект CsI:TI				510	~1,0 <sup>3)</sup>	0,6	300
Аналог YAG:Yb					~0,01		300
Синтез в инертной атмосфере без кислорода				—	0	—	—
99,6	0,3	0,1	—				

Примечания:

1. Всего в спектре 10 линий: 518, 535, 549, 555, 571, 578, 596, 603, 623 и 630 нм.
2. Наблюдается агрегация активаторов, не связанных с регулярными узлами кристаллической решетки.
3. В импульсном режиме световыход сцинтилляции эталона CsI:TI превышает световыход предлагаемого сцинтиллирующего состава на 60–80%.

В табл. 1 приняты следующие обозначения:  $\lambda_m$  – положение максимума полосы свечения сцинтилляции, нм;  $C_{отн}$  – относительный сцинтилляционный световыход состава в интегральном, токовом режиме;  $\tau_e$  – время затухания сцинтилляции по уровню 1/е;  $T$  – температура измерений. Приведенные в табл. 11 данные показывают, что отклонение от пределов концентрации NaF, YbF<sub>3</sub>, UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, O ведет к значительному уменьшению сцинтилляционного световыхода. Синтез в бескислородной инертной атмосфере приводит к полной деградации сцинтилляционных свойств.

### Формула изобретения

*Способ получения сцинтиллирующего состава для регистрации нейтрино на основе фторида натрия, активированного иттербием и ураном, отличающийся тем, что он дополнительно содержит связанный кислород при следующем соотношении компонентов, мол. %:* NaF 99,97–99,6; YbF<sub>3</sub> 0,01–0,3; UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,01–0,05; кислород 0,01–0,05.

## **Патент 2303798 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР**

Код(ы) МПК

G01T 1/00, 1/20, 3/06

Библиографическая ссылка Пат. 2303798 РФ. Сцинтилляционный детектор /

*Б. В. Шульгин, В. Л. Петров, А. В. Анилко, А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов, J-M. Fourmigue, C. Pedrini, K. Lebbou, C. Dujardin.* Заявл. 10.10.2005; опубл. 27.07.2007. Бюл. № 21.

### **Реферат**

**Использование:** для детектирования быстрых нейтронов и гамма-излучения, в качестве детектора в стационарных и переносных устройствах радиационного контроля.

**Сущность:** сцинтилляционный детектор содержит, по меньшей мере, один датчик-сцинтиблок, включающий в себя пластиковый сцинтиллятор в форме призмы или цилиндра для регистрации быстрых нейтронов, выполненный, по крайней мере, с одним полым каналом и размещенным в нем волоконным сцинтилляционным световодом, светоотражающее зеркало, фотодиодное фотоприемное устройство и блок электронной обработки сигналов, причем в качестве материала для пластикового сцинтиллятора использован дифенил-1,3,4-оксазол, а волоконный сцинтилляционный световод выполнен из ортогерманата висмута (BGO).

**Технический результат:** повышение эффективности одновременной регистрации гамма-излучения и быстрых нейтронов при использовании в качестве фоторегистраторов компактных фотодиодных устройств на основе PIN-фотодиодов.

### **Описание изобретения**

Изобретение относится к области дозиметрии быстрых нейтронов и гамма-излучения. Оно пригодно для использования в стационарных и переносных устройствах радиационного контроля, предназначенных для обнаружения радиоактивных материалов, для решения задач радиационного мониторинга объектов атомной промышленности, для использования в службах атомного надзора, таможенного контроля, для служб дозиметри-

ческой и ядерной безопасности атомных электростанций и для служб по предотвращению акций ядерного терроризма. Оно пригодно также для создания терминальных детекторов глобальной сети межрегионального и межгосударственного радиационного мониторинга.

Известен сцинтилляционный детектор (Пластмассовый сцинтилляционный детектор СПС-Т4А. Сухуми. Рекламный листок Сухумского физико-технического института, 1990). Датчик детектора представляет собой пластмассовый сцинтилляционный детектор СПС-Т4А, предназначенный для регистрации быстрых нейтронов. Известный детектор пригоден для работы только с ФЭУ и не может работать в сочетании с фотодиодными и фотоприемными устройствами. Однако такой детектор не пригоден для эффективной одновременной регистрации нейтронов и гамма-излучения из-за пониженного эффективного атомного номера пластика.

Известен сцинтилляционный детектор (Пат. 2088952 РФ). Известный детектор содержит датчик-сцинтиблок и блок электронной обработки сигналов. Датчик-сцинтиблок состоит из последовательно соединенных сцинтилляционного кристалла  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ , чувствительного к протонному, рентгеновскому, а также  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -излучениям, и объемного световода, изготовленного из органического сцинтиллирующего вещества на основе стильбена или пластмассы  $(\text{CH})_n$ , чувствительного к быстрым нейтронам, а также фотоэлектронного умножителя, преобразующего световые вспышки (сцинтилляции) в электрические сигналы. Блок электронной обработки сигналов включает в себя схему временной селекции сцинтимпульсов, поступающих в него как от  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -сцинтиллятора  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (длительностью 300 нс), так и от сцинтиллирующего под действием быстрых нейтронов световода (с длительностью сцинтилляций 5–7 нс). Однако известный сцинтилляционный детектор не пригоден для работы в сочетании с компактными фотодиодными фотоприемными устройствами. При использовании компактного PIN-фотодиода он будет эффективно регистрировать только гамма-излучение, эффективность регистрации нейтронов будет понижена из-за низкой чувствительности фотодиодов к УФ или синему излучению объемного пластикового световода.

Известен сцинтилляционный детектор, пригодный для регистрации заряженных частиц и нейтронов (Taichi Morita. Performance and calibration

of wave length shifting fibers for K2K SciBar detector // Proceedings of the KEK-RCNP International School and Mini-workshop for Scintillating Crystals and their Application in Particle and Nuclear Physics. KEK, Tsukuba, Japan, 2003. P. 227–231). Детектор состоит из 15 тысяч пластиковых спинтиблоков. Каждый спинтиблок известного детектора содержит, в частности, 16 волоконных фотолуминесцентных светосдвигающих пластиковых световодов, размещенных в продольных каналах пластикового спинтиллятора, для сбора и регистрации фотовспышек в пластике и передачи этой информации на многоканальный мультианодный фотоэлектронный умножитель с последующей обработкой сигналов в блоке обработки информации. Однако известный спинтилляционный детектор имеет низкую эффективность регистрации гамма-излучения из-за малого эффективного атомного номера пластиковых спинтиблоков и пластиковых светосдвигающих волокон. Он непригоден для одновременной эффективной регистрации нейтронного и гамма-излучения.

Наиболее близким к заявляемому является спинтилляционный детектор, пригодный для измерения заряженных частиц, нейтронов и гамма-излучения (Hirokazu Maesaka. The K2K SciBar Detector // Proceedings of the KEK-RCNP International School and Mini-workshop for Scintillating Crystals and their Application in Particle and Nuclear Physics. KEK, Tsukuba, Japan, 2003. P. 185–198). Детектор состоит из 15 тысяч пластиковых датчиков-спинтиблоков, выполненных в виде параллелепипедов, размерами  $2,5 \times 1,3 \times 300$  см<sup>3</sup>. Каждый спинтиблок имеет канал диаметром 1,8 мм по всей длине, расположенный в центре блока. По всей длине такого канала располагается волоконный фотолуминесцентный световод из органического материала диаметром 1,5 мм, выполняющий две функции: функцию светосбора (собирает синий свет от вспышек в спинтиллирующем пластике) и одновременно функцию смещения спектра свечения пластика с синего на зеленый диапазон (за счет стоксовского сдвига при фотовозбуждении зеленого люминесцентного свечения в волокне синим возбуждающим светом спинтилляций пластикового блока) для обеспечения лучшего согласования со спектральной чувствительностью фотоприемника. В качестве фотоприемного устройства в известном детекторе используют 64-канальный мультианодный фотоэлектронный умножитель. Однако известный детектор

имеет низкую эффективность регистрации гамма-излучения из-за малого эффективного атомного номера пластиковых сцинтиблоков и пластиковых светособирающих и светосдвигающих волокон. Он непригоден для одновременной эффективной регистрации нейтронного и гамма-излучения.

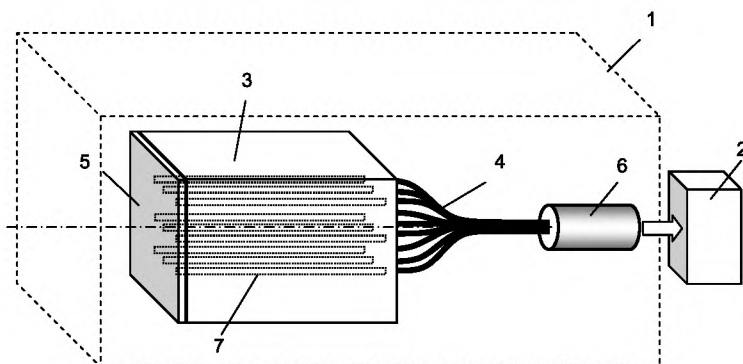
Задачей изобретения является повышение эффективности одновременной регистрации гамма-излучения и быстрых нейтронов при использовании в качестве фоторегистраторов компактных фотодиодных устройств на основе PIN-фотодиодов.

Предлагаемое устройство – сцинтилляционный детектор – решает эту задачу. Это достигается за счет того, что в сцинтилляционном детекторе, содержащем, по меньшей мере, один сцинтиблок, включающий в себя пластиковый сцинтиллятор для регистрации быстрых нейтронов, выполненный в виде призмы или цилиндра с одним или несколькими полыми каналами и размещенными в них волоконными световодами, светоотражающее зеркало, фотоприемное устройство в виде фотодиодного регистратора, и блока электронной обработки сигналов, в качестве материала для пластикового сцинтиллятора используют органическое вещество дифенил-1,3,4-оксазол с максимумом спектра свечения в области 260–290 нм, а волоконные световоды выполняют из тяжелого сцинтиллирующего материала: ортогерманата висмута (BGO), обладающего повышенной чувствительностью к гамма-излучению.

На Фиг. 1 представлена схема предлагаемого устройства. Сцинтилляционный детектор состоит из датчика-сцинтиблока 1 и блока электронной обработки сигналов 2. Датчик-сцинтиблок 1 содержит пластиковый сцинтиллятор 3 и волоконные световоды 4, светоотражающее зеркало 5 и фотоприемник 6. Пластиковый сцинтиллятор 3 выполнен в виде призмы или цилиндра из дифенил-1,3,4-оксазола – пластика с ультрафиолетовым (УФ) спектром свечения. Внешняя боковая поверхность пластикового сцинтиллятора 3 покрыта светоотражающей пленкой (на фиг. 1 не показана). Внутри пластиковый сцинтиллятор 3 имеет продольные (по всей длине) каналы 7 (от одного до 64 штук и более) диаметром 0,04–1,1 мм. Внутри этих каналов располагаются волоконные световоды 4 из сцинтиллирующих волокон ортогерманата висмута (BGO) диаметром 0,03–1,0 мм. Длина этих световодов 4 превышает длину пластикового сцинтиллятора 3.



Полированные торцы световодов 4 с одной стороны пластикового сцинтиллятора 3 имеют оптический контакт со светоотражающим зеркалом 5. Концы световодов 4 с другой стороны пластикового сцинтиллятора 3 собираются в единый жгут и соединяются (через оптический контакт) с фотоприемным устройством 6. Фотоприемное устройство 6 выполнено в виде фотодиодного регистратора (PIN-фотодиода) и предназначено для регистрации сцинтилляций, возникающих в пластиковом сцинтилляторе 3 и волоконных световодах 4. Электрические сигналы с фотоприемного устройства 6 анализируются в блоке электронной обработки сигналов 2.



Фиг. 1. Сцинтилляционный детектор

Устройство работает следующим образом. Быстрые нейтроны, попадая в датчик-сцинтиллятор 1, активно взаимодействуют с веществом пластикового сцинтиллятора 3, вызывают появление быстрых протонов – ядер отдачи водорода, входящего в состав пластика. Ядра отдачи водорода вызывают в пластике дифенил-1,3,4-оксазоле световые вспышки-сцинтилляции УФ-диапазона с длиной волны 282 нм и длительностью несколько наносекунд. УФ световые вспышки пластика (282 нм) собираются волоконными световодами 4, изготовленными из ортогерманата висмута, возбуждают в волокнах характерное для BGO сине-зеленое свечение (480–520 нм), которое, в конечном счете, и регистрируется фотоприемным устройством 6, где они преобразуются в электрические сигналы, которые затем поступают в блок 2 на обработку. Гамма-излучение регистрируется с помощью спин-

тиллирующих волоконных световодов 4, выполненных из BGO и обладающих высокой эффективностью регистрации гамма-излучения (благодаря высокому эффективному атомному номеру BGO). Сцинтилляции, вызванные гамма-излучением в BGO, имеют длину волны 480–520 нм и длительность 300 нс. Они передаются по волоконным световодам 4 (в том числе отраженные от световозвращающего зеркала 5) в фотоприемное устройство 6, где они преобразуются в электрические сигналы, которые затем поступают в блок 2 на обработку.

Таким образом, при регистрации нейтронов и гамма-излучения волоконные световоды 4 играют две роли: во-первых, при регистрации нейтронов они играют роль сместителей спектра: УФ-свечение пластикового сцинтиллятора 3 с длиной волны 282 нм, несущие информацию о зарегистрированных быстрых нейтронах, эффективно возбуждает синее-зеленое свечение (с длиной волны 480–520 нм) волоконных BGO световодов 4, во-вторых, при регистрации гамма-излучения волоконные световоды 4 играют дополнительно роль эффективных сцинтилляционных чувствительных элементов (сенсоров-датчиков).

Для повышения чувствительности предлагаемое устройство может содержать несколько (десятков-сотен и даже тысяч) датчиков-сцинтиблоков 1. Количество фотоприемных устройств и блоков электронной обработки сигналов в зависимости от количества датчиков-сцинтиблоков может быть оптимизировано для обеспечения оптимальной по эффективности и стоимости обработки информации.

### **Формула изобретения**

*Сцинтилляционный детектор, содержащий, по меньшей мере, один датчик-сцинтиблок, включающий в себя пластиковый сцинтиллятор в форме призмы или цилиндра для регистрации быстрых нейтронов, выполненный, по крайней мере, с одним полым каналом и размещенным в нем волоконным сцинтилляционным световодом, светоотражающее зеркало, фотодиодное фотоприемное устройство и блок электронной обработки сигналов, отличающийся тем, что в качестве материала для пластикового сцинтиллятора использован дифенил-1,3,4-оксазол, а волоконный сцинтилляционный световод выполнен из ортогерманата висмута (BGO).*

## Патент 2308056 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/00, 1/20, 3/06

Библиографическая ссылка Пат. 2308056 РФ. Сцинтилляционный детектор /  
А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, В. Ю. Иванов,С. В. Маркс, А. В. Анилко, С. Б. Смирнов, Н. С. Мезени-  
на. Заявл. 09.03.2006; опубл. 10.10.2007. Бюл. № 28.

### Реферат

**Применение:** в системах детектирования нейтронов и нейтрино.  
**Сущность:** детектор, содержащий по крайней мере один датчик, состоящий из пластикового сцинтиллятора на основе органического водородсодержащего материала, чувствительного к нейтронам и нейтрино, светособирающего волоконного световода, фотоприемного устройства и блока обработки сигналов, причем пластиковый сцинтиллятор выполнен в форме цилиндра, покрытого светоотражающей пленкой, в центре которого имеется полый канал с размещенным в нем светособирающим волоконным световодом.  
**Технический результат:** повышение чувствительности к нейтронам и нейтрино.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области ядерной физики, астрофизики и физики высоких энергий, конкретно к области технологии регистрации нейтрино и антинейтрино (далее – нейтрино), включая солнечные, космические, реакторные нейтрино, нейтрино, получаемые с помощью ускорителей; оно пригодно для создания нейтринных телескопов, нейтронных и нейтринных детекторов и детекторных комплексов наземного и космического базирования, предназначенных для удаленного, включая трансземное, обнаружения стационарных и мобильных ядерных реакторных и ускорительных установок и может быть использовано в системах производственного и таможенного контроля за нейтронными источниками и делящимися радиоактивными материалами, а также в системах радиационного мониторинга радиационного фона Земли.

Быстрые нейтроны эффективно регистрируются с помощью сцинтилляторов, содержащих водород. Сцинтилляции возникают при рассеянии нейтронов на ядрах водорода. Нейтрино зарегистрировать труднее, чем зарегистрировать нейтроны. Нейтрино  $\nu$  и антинейтрино  $\bar{\nu}$  обладают огромной проникающей способностью вследствие их чрезвычайно низкого сечения взаимодействия с большинством ядер элементов. Например, сечение взаимодействия антинейтрино с ядрами водорода (наиболее часто использующимися при детектировании в составе большеобъемных жидких или пластиковых сцинтилляционных детекторов) по реакции



равно  $\sigma_{\bar{\nu}_e} = 9.4 \cdot 10^{-44} \text{ см}^2$  (Большой энциклопедический словарь. Физика / Ред. А. М. Прохоров. М. Большая Российская энциклопедия, 1998. 944 с.) Нейтрино и антинейтрино отличаются своим происхождением: нейтрино рождается в паре с позитроном, а антинейтрино в паре с электроном. Продукты реакции (1) вызывают сцинтилляции в сцинтилляторе, содержащем ядра водорода. Таким образом, и для регистрации нейтрино используется сцинтилляционный метод с применением водородосодержащих сцинтилляторов.

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов (Пат. 2189057 РФ). Детектор содержит пластиковый сцинтиллятор, (п,  $\alpha$ ,  $\gamma$ )-конвертор из карбида или нитрида бора, сцинтилляционный кристалл NaI:Tl и фотоприемное устройство. Основным недостатком является то, что эффективность светосбора сцинтилляций, возникающих в пластиковом сцинтилляторе от быстрых нейтронов, невысока, поскольку пластиковый сцинтиллятор в известном детекторе соприкасается с фотоприемным устройством не всей плоскостью, а только по периферийному кольцу. Площадь соприкосновения пластикового сцинтиллятора с окном фотоприемного устройства составляет 30–40 % от площади окна, поэтому эффективность фотосъема не превышает 30–40 % от фотосбора в режиме, когда сцинтиллятор соприкасается с ФЭУ всем своим рабочим торцом. (п,  $\alpha$ ,  $\gamma$ )-конвертор из карбида или нитрида бора является светонепроницаемым, и часть сцинтилляций от пластикового сцинтиллятора в нем теряется. Таким образом, известный детектор нейтронов (Пат. 2189057 РФ) обладает недостаточно высоким уровнем светосбора

сцинтилляций и, как следствие, недостаточно высокой чувствительностью к быстрым нейтронам и нейтрино.

Известен сцинтилляционный детектор быстрых и тепловых нейтронов на основе пластикового сцинтиллятора и  ${}^6\text{Li}$ -силикатного стекла (Пат. 2143711 РФ). Известный детектор содержит датчик и блок электронной обработки сигналов. В состав датчика входят помещенные в единый корпус фотоприемное устройство и три параллельно-последовательно соединенных сцинтиллятора: 1) внешний нейтронный сцинтиллятор, выполненный из чувствительного к быстрым нейтронам органического водородсодержащего вещества на основе пластмассы  $(\text{CH})_n$  или стибена (сцинтиллятор с колодцем); 2) размещенный в колодце внешнего сцинтиллятора сцинтилляционный кристалл  $\text{NaI:Tl}$  в стандартном контейнере, чувствительный к гамма-излучению; 3) чувствительный к тепловым нейтронам внутренний сцинтиллятор на основе активированного церием  ${}^6\text{Li}$ -силикатного стекла. Блок электронной обработки сигналов включает схему временной селекции сцинтимпульсов от нейтроно-чувствительных сцинтилляторов и от гамма-чувствительного сцинтиллятора, а также спектрометрический анализатор для обработки сцинтимпульсов от сцинтилляционного кристалла  $\text{NaI:Tl}$ . Однако для известного детектора эффективность светосбора сцинтилляций от быстрых нейтронов, возникающих во внутреннем пластиковом сцинтилляторе  $(\text{CH})_n$ , невысока из-за того, что сигналы, во-первых, поступают на фотоприемное устройство только по периферийному кольцу, обеспечивая фотосъем сцинтилляций на уровне до 30–40 % вследствие того, что кристалл  $\text{NaI:Tl}$  находится в непрозрачном корпусе и экранирует часть светового потока, возникающего в пластике, а также вследствие того, что излучение быстрого пластикового сцинтиллятора не непосредственно попадает на фотоприемное устройство, а поступает на него через внутренний стеклянный сцинтиллятор и частично поглощается в нем. В итоге может быть потеряно до 32–43% полезной информации. Таким образом, известный детектор не может обеспечить эффективную регистрацию быстрых нейтронов и нейтрино из-за недостаточно высокого уровня светосбора сцинтилляций.

Известен сцинтилляционный детектор быстрых и тепловых нейтронов (Пат. 2259573 РФ), содержащий датчик, включающий сцинтиллятор на основе органического водородсодержащего пластика, чувствительного

к быстрым нейтронам, и стеклянный сцинтиллятор на основе  ${}^6\text{Li}$ -силикатного стекла, чувствительного к тепловым нейтронам, и фотоприемное устройство, а также блок электронной обработки сигналов, при этом сцинтилляторы датчика выполнены в виде пластин с параллельными соприкасающимися гранями, причем органический сцинтиллятор выполнен в виде клина, а стеклянный – в виде параллелепипеда, образуя единый сенсорный сцинтиллятор, снабженный свинцовым коллиматором и размещенный вместе с последним в дополнительном полиэтиленовом пенале-накопителе тепловых нейтронов. Однако при установлении фотоэлектронного умножителя с торца пластикового сцинтиллятора эффективность светосбора сцинтилляций оказывается низкой, что не обеспечивает высокой чувствительности к быстрым нейтронам и нейтрино.

Из всех известных сцинтилляционных детекторов наиболее близким к заявляемому является объемно-волоконный сцинтилляционный детектор нейтронов и нейтрино, называемый авторами Сци-Бар-детектором (*Hirokazu Maesaka. The K2K SciBar Detector // Proceedings of the KEK-RCNP International School and Mini-workshop for Scintillating Crystals and their Application in Particle and Nuclear Physics. KEK, Tsukuba, Japan, 2003. P. 185–198.; Hasegawa M. Calibration System of the K2K SciBar Detector // Proceedings of the KEK-RCNP International School and Mini-workshop for Scintillating Crystals and their Application in Particle and Nuclear Physics. KEK, Tsukuba, Japan, 2003. P. 243–248.*). Известный сцинтилляционный детектор нейтронов и нейтрино содержит 14400 сцинтилляционных блоков в виде параллелепипедов из пластиковых сцинтилляторов и фотоприемное устройство. Каждый сцинтилляционный блок имеет расположенный вдоль его центральной оси продольный канал, в котором размещено светособирающее волокно, играющее одновременно роль сместителя спектра. Сенсором, веществом чувствительным к нейтронам и нейтрино, является пластиковый сцинтиллятор (водородсодержащее вещество на основе полистирена с добавками РРО (1 мас. %) РОРОР (0,03 мас. %)). В качестве фотоприемного устройства применен PIN-фотодиод или многоканальный электронный умножитель. Однако известный детектор нейтронов и нейтрино обладает недостаточно высоким уровнем светосбора сцинтилляций (из-за того, что пластиковый сцинтиллятор выполнен в форме параллелепипеда)

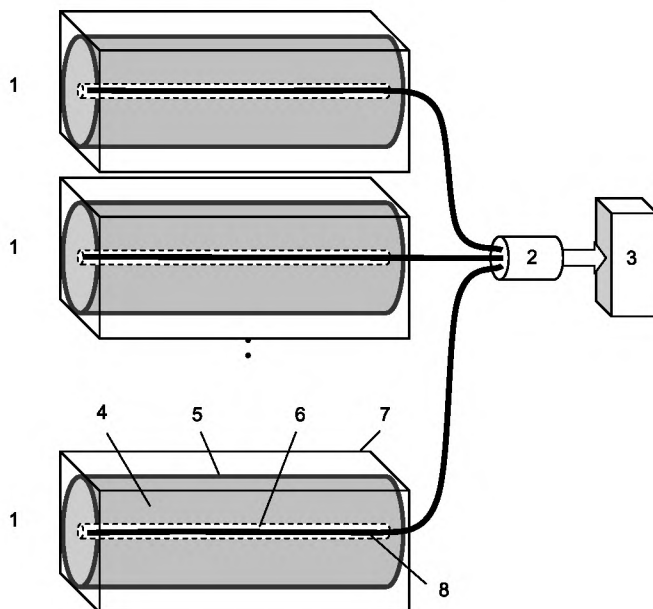
и, как следствие, недостаточно высокой чувствительностью к быстрым нейтронам и нейтрино.

Задачей изобретения является повышение уровня светосбора в пластиковом скинтилляторе объемно-волоконного скинтилляционного детектора. Эта задача решается за счет того, что скинтилляционный детектор содержит по крайней мере один датчик, состоящий из пластикового скинтиллятора на основе органического водородсодержащего материала, чувствительного к нейтронам и нейтрино, светособирающего волоконного световода, фотоприемное устройство и блок обработки сигналов, причем пластиковый скинтиллятор выполнен в форме цилиндра, покрытого светоотражающей пленкой, в центре которого имеется полый канал с размещенным в нем светособирающим волоконным световодом.

Сущность изобретения заключается в том, что водородсодержащий пластиковый скинтиллятор имеет цилиндрическую форму, благодаря которой светоотражающее покрытие фокусирует световые вспышки на оси цилиндрического скинтиллятора, вдоль которой проходит оптоволоконный световод, что обеспечивает повышенный светосбор по сравнению с пластиковым скинтиллятором, имеющим форму параллелепипеда, в котором фокусирующее действие светоотражающего покрытия отсутствует.

Предлагаемое устройство обеспечивает регистрацию нейтронов и нейтрино с повышенной эффективностью. Блок-схема заявляемого устройства приведена на фиг. 1. Устройство состоит из одного или нескольких датчиков 1, фотоприемного устройства 2 и блока электронной обработки сигналов 3. Датчик 1 состоит из пластикового водородсодержащего скинтиллятора 4, имеющего цилиндрическую форму, со светоотражающим покрытием 5. В центре пластикового скинтиллятора 4 вдоль его оси имеется полый канал 6. Каждый датчик 1 имеет корпус 7 в форме параллелепипеда для удобства формирования из таких параллелепипедов всего скинтилляционного детектора. В полой канале 6 цилиндрического скинтиллятора размещен светособирающий волоконный световод 8, расположенный, как и полый канал, вдоль основной оси скинтиллятора. Световоды от каждого датчика соединены с фотоприемным устройством 2, а через него – с блоком обработки сигналов 3.

Сцинтилляционный детектор работает следующим образом. Регистрируемые нейтроны или нейтрино, попадая в пластиковый водородсодержащий сцинтиллятор 4 и рассеиваясь на ядрах водорода (нейтроны) или вступая в ядерную реакцию  $\bar{\nu}_e + p \rightarrow e^+ + n$  (нейтрино), вызывают в нем появление световых вспышек (сцинтилляций), которые благодаря светоотражающему покрытию 5 поступают на световод 8 и затем регистрируются с помощью фотоприемного устройства 2 (обычно PIN – фотодиод или многоканальный фотоэлектронный умножитель). Сигналы с фотоприемного устройства 2 поступают в блок обработки сигналов 3.



Фиг. 1. Сцинтилляционный детектор

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтилляционного детектора является возможность регистрации с его помощью гамма-излучения, что позволяет использовать его для обнаружения радиоактивных веществ-источников гамма-излучения.



Система из цилиндрических датчиков, размещенных в корпусах, имеющих форму параллелепипеда, может содержать от единиц до тысяч датчиков, образуя сцинтилляционный детектор повышенной чувствительности. Последнее необходимо для регистрации нейтрино (несколько тысяч датчиков); для регистрации нейтронов детектор может содержать один или несколько датчиков предлагаемой конструкции.

#### **Формула изобретения**

*Сцинтилляционный детектор, содержащий по крайней мере один датчик, состоящий из пластикового сцинтиллятора на основе органического водородсодержащего материала, чувствительного к нейтронам и нейтрино, светособирающего волоконного световода, фотоприемное устройство и блок обработки сигналов, отличающийся тем, что пластиковый сцинтиллятор выполнен в форме цилиндра, покрытого светоотражающей пленкой, в центре которого имеется полый канал с размещенным в нем светособирающим волоконным световодом.*

**Патент 2312061 РФ**  
**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ**  
**НИТЕВИДНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ**

Код(ы) МПК

C01B 21/072

Библиографическая ссылка Пат. 2312061 РФ. Способ получения нитевидного нитрида алюминия / Ю. Д. Афонин, А. Р. Бекетов, А. В. Анипко, В. Б. Малков, А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин. Заявл. 25.04.2006; опубл. 10.12.2007. Бюл. № 34.

**Реферат**

**Использование:** для получения нитевидных кристаллов нитрида алюминия AlN. **Сущность:** пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов в виде галогенидов алюминия (III) и азота с последующей конденсацией конечного продукта на подложке из чистого графита при скорости подачи галогенида алюминия (III) на уровне 0,1–6 см<sup>3</sup>/мин на каждый 1 см<sup>2</sup> поверхности конденсации. **Технический результат:** получение нитевидного нитрида алюминия AlN в виде упругих кристалловолокон с повышенным отношением длины к диаметру.

**Описание изобретения**

Изобретение относится к химической технологии получения соединений алюминия, а именно к технологии получения нитевидного нитрида алюминия AlN в виде нитевидных кристаллов, пригодных для изготовления сенсорных зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов, применяемых при исследовании морфологии и топографии поверхности, адгезионных и механических свойств элементов микроэлектроники, объектов нанобиотехнологий и особо при высокотемпературных измерениях в нанометаллургии.

Нитрид алюминия AlN относится к числу веществ с уникальным сочетанием свойств, он характеризуется высокой термостойкостью, высокой теплопроводностью и одновременно высоким электросопротивлением, что обеспечивает его успешное применение в микроэлектронике (Неметал-

лические тугоплавкие соединения / Т. Я. Косолапова [и др.]. М.: Металлургия, 1985. 285 с.).

Известны способы получения нитрида алюминия  $\text{AlN}$  высокотемпературным (1300–1700°C) карботермическим восстановлением чистого оксида алюминия в атмосфере азота (Заявка 2233969 Великобритания; заявка 3-48123 Япония). Однако с помощью этого способа получают порошкообразные или керамические образцы  $\text{AlN}$ . Нитевидные кристаллы  $\text{AlN}$  таким способом не получают.

Известен способ получения кристаллов нитрида алюминия совместно с монокристаллом фторидов металлов (Пат. 4172754 США). Однако таким способом можно получить только мелкодисперсные порошки. Нитевидные кристаллы  $\text{AlN}$  таким способом получить нельзя.

Известен способ получения волокон нитрида алюминия спеканием смеси алюминийсодержащего соединения, полимерного органического вещества, углеродсодержащего и/или азотсодержащего соединения. Процесс ведут в неокислительной атмосфере, содержащей азот (Заявка 2647436 Франция). Однако волокна имеют очень малое отношение длины волокна к диаметру (не более 10–50).

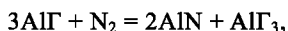
Известен способ получения игольчатого нитрида алюминия, включающий продувку нагретой до 950–1000°C алюминиевой пудры смесью аргона и аммиака при дозированной подаче последней, что обеспечивает образование и рост игольчатых кристаллов нитрида алюминия на поверхности алюминиевых частиц. Однако известная технология требует контроля полноты протекания реакции. Кроме того, игольчатые кристаллы  $\text{AlN}$ , получаемые известным способом, загрязнены металлическим алюминием и теряют свои уникальные свойства.

Наиболее близким к заявляемому является способ (Пат. 2106298 РФ), включающий пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов с регулируемой скоростью и последующую конденсацию конечного продукта, при этом в качестве газообразных реагентов используют галогениды алюминия (III) и азот, скорость подачи галогенида алюминия (III, трехвалентный алюминий) поддерживают на уровне 0,1–0,6 см<sup>3</sup>/мин на каждый 1 см<sup>2</sup> поверхности конденсации, а конденсацию ведут на подложке из компактного поликристаллического нитрида алюминия.

Известный способ обеспечивает получение нитрида алюминия в виде волокон с соотношением длины к диаметру более 100. Однако подложка из поликристаллического нитрида алюминия создает огромное число зародышей кристаллов AlN, и они образуют комкообразные слои мягких нитей в виде войлока или ваты, элементы которых не пригодны из-за своей «вялости» и короткой длины для использования в качестве сенсорных зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов.

Задачей настоящего изобретения является разработка технологии получения нитрида алюминия в виде упругих кристалловолокон с повышенным отношением длины к диаметру (более 200–300).

Сущность способа заключается в следующем. Галогенид алюминия (например, AlCl<sub>3</sub>) испаряли в отдельном реакторе, пары подавали в ванну, наполненную жидким алюминием, при температуре, достаточной для образования субгалогенида алюминия (например, AlCl, AlF) или выше, газообразный субгалогенид поступает в пространство над ванной жидкого алюминия и подложкой из чистого графита. В то же пространство подают азот в соотношении 1:1,2 и выше относительно галогенида алюминия. На поверхности подложки идет реакция



где  $\Gamma$  – галогенид алюминия.

Нитрид алюминия образуется на активных центрах графитовой подложки в виде нитевидных кристалловолокон, хорошо разделенных друг относительно друга, формируемых в виде зарослей жестких травинок (фиг. 1), совершенно отличных от войлочных или ватных образцов, получаемых по известному методу.

Способ иллюстрируется следующими примерами выполнения.

*Пример 1.* Трихлорид алюминия испаряли при температуре 195°C, пары подавали в ванну жидкого алюминия при температуре 1150°C. Над поверхностью ванны устанавливали пластинку из чистого графита диаметром 36 мм. Расход трихлорида составил 1,5 см<sup>3</sup>/мин. В пространство между поверхностью ванны и графитовой пластины подавали азот со скоростью 22 см<sup>3</sup>/мин. Продолжительность опыта составляла 1 час 40 мин. На поверхности графитовой пластины сформировался слой кристалловоло-

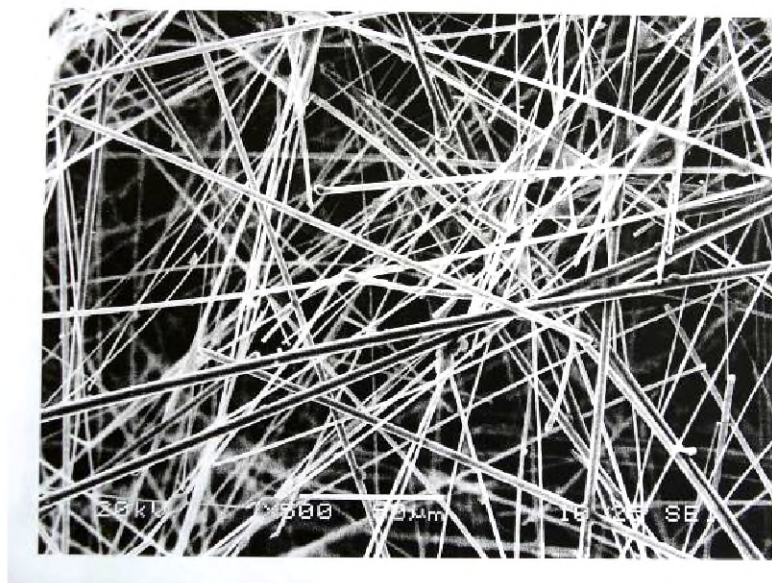
кон в виде «кучи жесткой соломы» толщиной 5–6 мм. Рентгенофазовый анализ показал, что эта «куча соломы» состоит из нитрида алюминия. Снимки, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-5900 LV, показали, что нитрид алюминия представлен в виде нитевидных кристаллических волокон с соотношением диаметра к длине выше 400–500, что представлено на фиг. 2.



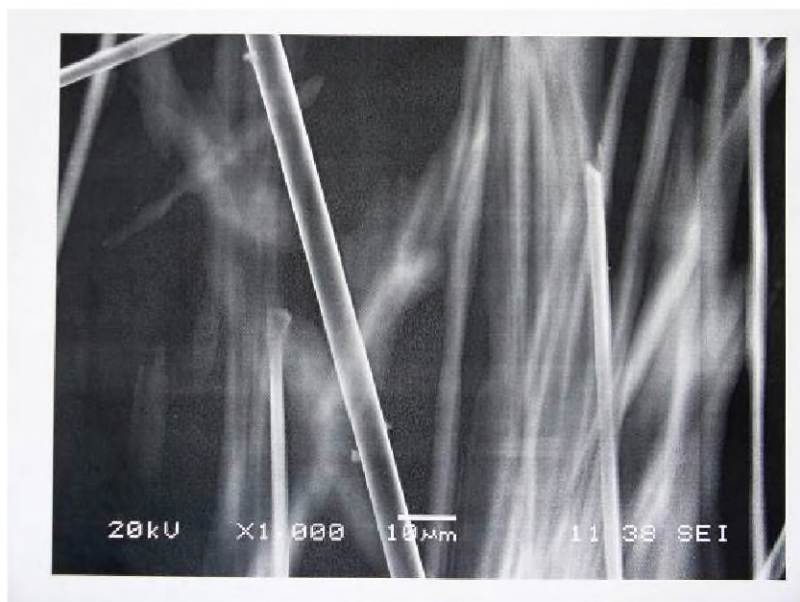
Фиг. 1. Микроснимок кристалловолокон нитрида алюминия, полученных по предлагаемому способу

*Пример 2.* Трифторид алюминия испаряли при температуре 1280°C, пары подавали в ванну жидкого алюминия при температуре 1250°C. Над поверхностью ванны устанавливали пластину из чистого графита диаметром 36 мм. Расход трифторида составлял до 6 см<sup>3</sup>/мин. В пространство между поверхностью ванны и графитовой пластиной подавали азот со скоростью 23 см<sup>3</sup>/мин. Продолжительность опыта составляла 3,5 часа. На поверхности диска сформировался слой из волокон в виде «кучи соломы»,

край которой похож на «иголки ежика или дикобраза». Рентгенофазовый анализ показал, что эта «куча соломы» представляет слой нитрида алюминия в виде нитевидных кристалловолокон. Снимки этих кристалловолокон, полученные на электронном микроскопе JEOL JSM-5900 LV, приведены на фиг. 3. Выделен фрагмент, где представлен оконечный участок волокна толщиной (диаметром) 2,9 мкм, заканчивающийся острием порядка 60 нм. Такие кристалловолокна пригодны для использования в качестве зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов.



Фиг. 2. Микроснимок кристалловолокон нитрида алюминия, полученных по предлагаемому способу (пример 1)



Фиг. 3. Микроснимок кристалловолокон нитрида алюминия, полученных по предлагаемому способу (пример 2)

### Формула изобретения

*Способ получения нитевидного нитрида алюминия, включающий пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов в виде галогенидов алюминия (III) и азота и последующую конденсацию конечного продукта, при этом подачу галогенида алюминия (III) осуществляют со скоростью на уровне  $0,1\text{--}6\text{ см}^3/\text{мин}$  на каждый  $1\text{ см}^2$  поверхности конденсации, отличающийся тем, что конденсацию ведут на подложке из чистого графита.*

**Патент 2315231 РФ**  
**СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ**  
**ИНФРАКРАСНОГО СВЕТОФИЛЬТРА**

Код(ы) МПК	G01T 1/00, 3/00	F21V 9/04
Библиографическая ссылка	Пат. 2315231 РФ. Способ изготовления инфракрасного светофильтра / <i>Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов, А. В. Анилко, Д. В. Райков, А. В. Ищенко.</i> Заявл. 22.06.2006; опубл. 20.01.2008. Бюл. № 2.	

**Реферат**

Применение: для создания инфракрасных светофильтров отрезающего и полосового типа, поглощающих видимое излучение и пропускающих коротковолновое и длинноволновое ближнее инфракрасное излучение и предназначенных для защиты инфракрасных датчиков видеоконтрольных устройств и приборов ночного видения от паразитных помех, связанных с воздействием света видимого диапазона, а также для использования в оптических системах контроля подлинности документов, в системах охранной и пожарной сигнализации, в том числе в системах контроля и разграничения доступа и охраны периметра объектов, в видеодомофонах, видеоглазках и тому подобных устройствах.

Суть изобретения заключается в том, что в качестве материала для ИК-светофильтра используют предварительно активированные кристаллы LiF:U и облучают их нейтронами до флюенса  $1,2 \cdot 10^{16} - 3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Облученные кристаллы выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение 10–12 месяцев, а затем подвергают их отжигу на воздухе при температуре 200–300 °С в течение 0,5–1,5 часов. Технический результат: обеспечение сплошного поглощения света в видимом диапазоне и повышение термической и радиационной устойчивости.

**Описание изобретения**

Изобретение относится к области светотехники и интегральной оптики, связанной с созданием инфракрасных светофильтров отрезающего и полосового типа, поглощающих видимое излучение и пропускающих коротковолновое и длинноволновое ближнее инфракрасное излучение



и предназначенных для защиты инфракрасных датчиков видеоконтрольных устройств и приборов ночного видения от паразитных помех, связанных с воздействием света видимого диапазона, а также для использования в оптических системах контроля подлинности документов, в системах охранной и пожарной сигнализации, в том числе в системах контроля и разграничения доступа и охраны периметра объектов, в видеодомофонах, видеоглазках и тому подобных устройствах.

Известен способ изготовления ИК-светофильтра (Пат. 2579513 США), заключающийся во введении органических красителей в резину и нанесении резинового покрытия с органическими красителями на стеклянную подложку. Недостатком ИК-светофильтров, полученных известным способом, является их низкая термическая устойчивость (из-за базового покрытия на основе резины), а также повышенные потери полезного длинноволнового излучения ближнего (в области 3–12 мкм) ИК-диапазона, являющегося частью активного рабочего ИК-диапазона видеоконтрольных устройств.

Известен способ получения ИК-светофильтров на основе полистирола или полиметилметакрилата (Лаборатория физики полимеров Санкт-Петербургского технологического института (технического университета), интернет-сайт [www.eroxu.newmail.ru](http://www.eroxu.newmail.ru)) в виде пластин окрашенных органических стекол с глянцевыми (полированными) или шероховатыми (матовыми) поверхностями путем заливки в соответствующие формы оптически прозрачных эпоксидных композиций с внедренными органическими красителями и последующего отверждения с границей пропускания 0,66–0,75 мкм. Однако получаемые по такому способу ИК-светофильтры имеют низкую термическую устойчивость и большие потери полезного длинноволнового ИК-излучения в области 3–12 мкм, что снижает чувствительность видеоконтрольных ИК-устройств (в частности, на основе кремния) в активной части их рабочего ИК-диапазона.

Известен способ изготовления инфракрасного светофильтра (Пат. 2269802 РФ) на основе фторидов элементов I группы таблицы Менделеева (фторида натрия) с использованием корпускулярного излучения (циклотронных пучков ионов  $\text{He}^+$ ) до доз (флюенса)  $\sim 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Однако получаемые известным способом фильтры из-за низкой проникающей способности

ионных пучков имеют малую толщину активного слоя поглощения (несколько микрон), что снижает надежность эксплуатационных характеристик ИК-светофильтров при ударных нагрузках из-за возможности скола фильтрующего слоя и полной деструкции ИК-светофильтра. Недостатком ИК-светофильтров, получаемых по известному способу, является также характерное для них частичное пропускание света видимого диапазона, поскольку для них характерно поглощение света видимого диапазона в виде отдельных полос с максимумами при 310 нм (F-полос центров окраски), при 442 и 518 нм (F<sub>2</sub>- и F<sub>3</sub><sup>+</sup>-полос), так что сплошного поглощения света видимого диапазона не происходит.

Известен способ окрашивания кристаллов фторида лития LiF путем их облучения нейтронами до высоких флюенсов  $\sim 10^{16}$ – $10^{19}$  см<sup>-2</sup> в ядерном реакторе (Будылин Б. В. Действие излучения на ионные структуры / Б. В. Будылин, А. А. Воробьев. М.: Госатомиздат, 1962. 168 с.). Установлена зависимость изменения плотности кристаллов LiF от флюенса облучения нейтронами. При флюенсе  $10^{16}$  см<sup>-2</sup> плотность меняется незначительно, всего на 0,4 %, при флюенсе  $10^{17}$  см<sup>-2</sup> на 1,5 %, а при флюенсах  $6 \cdot 10^{17}$ – $10^{18}$  см<sup>-2</sup> плотность изменялась на 23 %. Эти сведения известны для неактивированных образцов LiF. Однако способ облучения активированных образцов LiF, в частности таких, как LiF:U, и влияние облучения на радиационную чувствительность и возможность изготовления светофильтров путем облучения нейтронами активированных примесями кристаллов LiF в известной работе не описаны.

Наиболее близким к заявляемому является известный способ получения ИК-светофильтров на основе кристаллов LiF путем окрашивания кристаллов LiF реакторным нейтронным излучением (Фтористый литий: оптические свойства и применение в термолюминесцентной дозиметрии / К. К. Шварц, Я. Ж. Кристансон, Д. Ю. Лусис, А. В. Подиць // Радиационная физика V. Люминесценция и дефекты ионных кристаллов. Рига: Зинатне, 1967. С. 179–235) Под действием реакторного излучения в кристаллах LiF образуются простые и агрегатные центры окраски при флюенсах  $\sim 10^{16}$  см<sup>-2</sup> и выше. Окрашенные нейтронами кристаллы LiF, согласно известному источнику, имеют серию полос поглощения с максимумами при 275, 518, 530, 540, 780, и 950 нм. В известной работе установлено, что чистые неактиви-

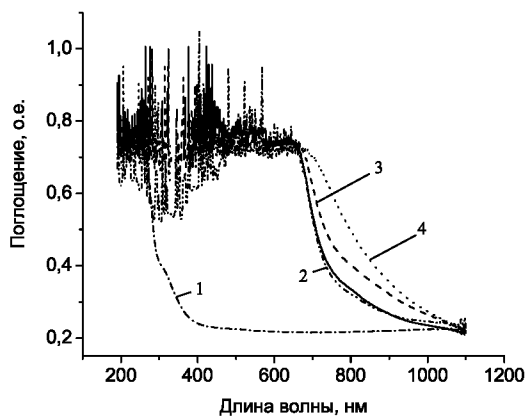
рованные кристаллы LiF являются достаточно устойчивыми к нейтронной радиации – в том смысле, что действие реакторного излучения (флюенс  $10^{16}$ – $10^{17}$  см<sup>-2</sup>) на кристаллы LiF приводит лишь к образованию отдельных полос поглощения в видимой области спектра, а не к сплошному поглощению во всем видимом диапазоне. Однако сведения об облучении нейтронами кристаллов фторида лития, предварительно активированных ураном (LiF:U), в известной работе отсутствуют; о влиянии урановой примеси на радиационную чувствительность кристаллов и о возможности получения ИК-светофильтров на основе LiF:U в известной работе сведений также нет.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа изготовления инфракрасного светофильтра на основе кристаллов фторида лития с повышенной термической устойчивостью и повышенного оптического качества, обладающего сплошным спектром поглощения в видимой области спектра.

Сущность предлагаемого способа изготовления инфракрасного светофильтра на основе кристаллов LiF с использованием эффекта радиационного окрашивания при облучении реакторными нейтронами заключается в том, что в качестве основы светофильтра используют предварительно активированные кристаллы LiF:U, которые вначале облучают в реакторе нейтронами до флюенса  $1,2 \cdot 10^{16}$ – $3 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup>, затем выдерживают облученные кристаллы LiF:U на воздухе при комнатной температуре в течение 10–12 месяцев для снятия остаточной радиоактивности, после чего кристаллы LiF:U отжигают на воздухе при 250–300 °С в течение 0,5–1,5 часов.

Необлученные образцы кристаллов LiF:U прозрачны в видимой области спектра, фиг. 1, кривая 1 (измерение проведено с помощью спектрофотометра Helios-Alpha). Под действием нейтронов при флюенсах  $(1,2\text{--}3) \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup> во всем объеме облученного кристалла LiF:U (толщиной 0,8–1 мм и более) образуется большое количество дефектов, представляющих собой прежде всего дефекты Френкеля (анионные  $V_a$  и катионные  $V_c$  вакансии и междоузельные атомы), а также дефекты в виде электронных и дырочных центров окраски, в частности центры окраски типа  $O^-V_a$  (кислород-вакансия), простые F-центры и агрегатные  $F_2^-$ ,  $F_3^{+-}$ ,  $F_3(R_1)^-$ ,  $F_3(R_2)^-$  центры и, наконец, коллоидальные частицы лития различных размеров. Образование таких дефектов, являющихся центрами окраски в сочетании с

дефектами в виде коллоидального лития, делает кристаллы LiF:U непрозрачными для ультрафиолетового и видимого света в диапазоне 190–700 нм, фиг. 1, кривая 2–4. Процедура отжига облученных образцов (0,5–1,5 часа) при температурах 100, 200 и 300 °С (фиг. 1, кривые 2, 3 и 4 соответственно) приводит к образованию за счет агрегатных центров еще более сложных агрегатных центров, что вызывает сдвиг края поглощения с 700 до 800 нм (фиг. 1). Отжиг кристаллов LiF:U при более высоких температурах 460–500 °С приводит к просветлению и обесцвечиванию кристаллов. Наблюдаемое формирование повышенной концентрации дефектов зависит от наличия в кристаллах LiF примеси урана, который обеспечивает повышенную радиационную чувствительность материала-заготовки для светофильтра ИК-диапазона. Кристаллы LiF с другими, отличными от урана примесями (например, с примесью скандия LiF:Sc), будучи облученными нейтронами в реакторе, не обеспечивают сплошного поглощения в диапазоне 190–750 нм (последнее характерно для кристаллов LiF:U) даже при флюенсе  $3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Поглощение для кристаллов LiF:Sc наблюдается в виде перекрывающихся полос, что снижает качество светофильтров.



Фиг. 1. Спектры поглощения инфракрасного светофильтра, полученные в процессе его изготовления по предлагаемому способу

Предлагаемый способ изготовления инфракрасных светофильтров обеспечивает расширение зоны поглощения кристаллов (в диапазоне 190–800 нм) и их термоустойчивость до температур 200–300 °С. Кроме вышеуказанных преимуществ, предлагаемый способ обеспечивает еще ряд дополнительных преимуществ. Получаемые по предлагаемому способу ИК-светофильтры негигроскопичны и химически инертны. Кроме того, они обладают повышенной радиационной стойкостью к нейтронам, поскольку именно нейтроны являются необходимым условием для окрашивания кристаллов LiF:U, именно они обеспечивают их функциональные рабочие характеристики полного поглощения светового излучения во всем видимом диапазоне. ИК-светофильтры на основе кристаллов LiF:U, полученные по предлагаемому способу, устойчивы к радиационным ударам и долговременным радиационным воздействиям не только нейтронных потоков, но и к воздействию фотонных (гамма-излучение), электронных и ионных пучков до флюенса  $10^{17}$  см<sup>-2</sup> и выше, поскольку последние могут только увеличить в приповерхностных (ионные пучки) и в объеме (фотонные и электронные пучки) концентрацию агрегатных центров окраски, т. е. усилить (путем дополнительного окрашивания) эффект фильтрации.

Дополнительным преимуществом предлагаемого изобретения является возможность выполнения получаемыми ИК-светофильтрами не только функции фильтрации видимого света, но и функции линза-фильтр для ИК-излучения. Последнее достигается, если кристалл фторида лития LiF:U изготавливают изначально в форме линзы.

#### *Примеры осуществления способа*

Во всех приведенных ниже примерах после процедуры облучения (окрашивания) кристаллов LiF:U нейтронами в ядерном реакторе кристаллы подвергают выдержке на воздухе в течение 10–12 месяцев для полного снятия радиоактивности, после чего приступают к процедуре отжига кристаллов.

*Пример 1.* Светофильтр на основе кристаллов LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса  $1,1 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup>. Спектр поглощения светофильтра в диапазоне 190–1100 нм показан на фиг. 1, кривая 2, после проведенного обжига облученных кри-

сталлов при температуре 200 °С в течение 1 часа. Интенсивное поглощение света начинает происходить в расширенном (в ИК-область) диапазоне вплоть до 0,8 мкм, далее, начиная с 0,8 мкм поглощение вплоть до 10 мкм отсутствует.

*Пример 2.* Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса  $1,2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Отжиг облученных образцов при температуре 300 °С в течение 0,5 часа приводит к тому, что интенсивное поглощение света начинает происходить в расширенном (в ИК-область) диапазоне, фиг. 1, кривая 3; начиная с 0,8 мкм поглощение вплоть до 10 мкм отсутствует.

*Пример 3.* Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса  $3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Отжиг облученных образцов при температуре 250 °С в течение 1,5 часов приводит к тому, что интенсивное поглощение света начинает происходить в расширенном (в ИК-область) диапазоне, фиг. 1, кривая 4; начиная с 0,8 мкм поглощение вплоть до 10 мкм отсутствует. Свет, соответствующий спектру солнца и спектру дневного неба, практически полностью поглощается в светофильтре.

*Пример 4.* Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса  $10^{14} \text{ см}^{-2}$ . В спектре поглощения светофильтра в диапазоне 190–1100 нм имеется слабое поглощение излучения в диапазоне 190–700 нм, в виде отдельных полос, в основном в виде F-полосы при 242 нм, наблюдаются также полосы поглощения агрегатных центров. Однако поглощение слабое, так что функции фильтрации видимого света не выполняются. Отжиг при температуре 500 °С в течение 2 часов приводит к полному обесцвечиванию кристаллов LiF:U.

*Пример 5.* Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения до флюенса  $5,1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$  с последующим отжигом при 300 °С в течение 1 часа. Светофильтр прозрачен для ИК-излучения в диапазоне длин волн 0,8–12 мкм, в области длин 190–750 нм происходит практически полное поглощение излучения. Коэффициент поглощения не ниже

$5 \cdot 10^5 - 10^6 \text{ см}^{-1}$ . Излучение, соответствующее спектру солнца и спектру дневного неба, практически полностью поглощается. Однако преимуществ перед примерами 1–3 этот пример не имеет. Связано это с тем, что возрастает время облучения, что ведет к некоторому удорожанию изготовления светофильтров. Недостатком высокого  $10^{18} \text{ см}^{-2}$  (и выше) флюенса является снижение прочности кристалла, поскольку становится возможным самопроизвольное раскалывание кристалла на слои или кусочки. Кроме того, повышенный флюенс требует повышенного времени остывания кристалла для снижения радиоактивности до фонового уровня.

### **Формула изобретения**

*Способ изготовления инфракрасного светофильтра на основе кристаллов фторида лития, включающий облучение нейтронами в ядерном реакторе до высоких флюенсов, отличающийся тем, что в качестве материала для ИК-светофильтра используют предварительно активированные кристаллы  $\text{LiF:U}$  и облучают их нейтронами до флюенса  $1,2 \cdot 10^{16} - 3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ , после облучения выдерживают их на воздухе при комнатной температуре в течение 10–12 месяцев, а затем подвергают их отжигу на воздухе при температуре 200–300 °С в течение 0,5–1,5 часов.*

**Патент 2323453 РФ**

**СВЕТОВОЛОКОННЫЙ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР**

Код(ы) МПК	G01T 1/00, 1/20, 3/06, 5/08
Библиографическая ссылка	Пат. 2323453 РФ. Световолоконный сцинтилляционный детектор / Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, К. О. Хохлов, В. Ю. Иванов, А. В. Кружалов, В. Л. Петров, В. И. Арбузов, К. В. Дукельский, С. Pedrini, J.-M. Fourmigue. Заявл. 03.11.2006; опубл. 27.04.2008. Бюл. № 12.

**Реферат**

**Применение:** в системах радиационного мониторинга трансграничных перемещений людей и грузов, входного мониторинга помещений аэропортов, помещений общественных зданий; для радиационного контроля металлолома; для радиационного контроля строительных материалов, строительных блоков и металлоконструкций; в интроскопах (томографах) медицинского и технического назначения.

**Сущность:** световолоконный сцинтилляционный детектор содержит сборку сцинтилляционных волокон (волоконных кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ), предназначенных для регистрации гамма-излучения, и фотоприемное устройство, находящиеся в оптическом контакте друг с другом, причем сборка сцинтилляционных волокон помещена в единую оболочку с внутренним светоотражающим покрытием, выполнена в виде сцинтилляционного кабеля в форме кольца или арки и дополнительно содержит волокна для регистрации быстрых нейтронов (из водородсодержащего пластика) и тепловых нейтронов (из  $^6\text{Li}$ -содержащего силикатного стекла, активированного  $\text{Ce}^{3+}$ ), а фотоприемное устройство состоит из двух фотоприемников, расположенных в противоположных торцах сборки сцинтилляционных волокон. Между фотоприемником и сборкой сцинтилляционных волокон дополнительно введен сместитель спектра.

**Технический результат:** повышение чувствительности детектора при работе в полях смешанных излучений (гамма-излучение, быстрые и тепловые нейтроны); возможность регистрации излучения в плоском угле  $2\pi$  или  $\pi$ .



### Описание изобретений

Изобретение относится к сцинтилляционным детекторам гамма- и нейтронного излучения и может быть использовано для фундаментальных исследований в области ядерной физики и физики высоких энергий; в дозиметрической практике в системах радиационного мониторинга трансграничных перемещений людей и грузов, мониторинга помещений аэропортов (проверка пассажиров, их багажа и других грузов), а в связи с глобализацией актов терроризма может быть использовано для мониторинга помещений общественных зданий (допуск в правительственные здания, спортивные комплексы, здания политических, юридических и военных ведомств, театры, филармонии, крупные национальные музеи); для радиационного контроля металлолома, поступающего на переплавку в металлургические предприятия; для радиационного контроля строительных материалов, строительных блоков и металлоконструкций; может быть использовано в интроскопах (томографах) медицинского и технического назначения.

Известен световолоконный сцинтилляционный детектор, включающий в себя сборку сцинтилляционных волокон (*Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 365 с.*). Сборка сцинтилляционных волокон содержит нити из пластикового сцинтиллятора диаметром 1 мм, которыми заполнен люцитовый каркас сборки, имеющий размер  $100 \times 100 \times 100 \text{ мм}^3$ . Такой световолоконный сцинтилляционный детектор пригоден для регистрации нейтронов (быстрых), однако из-за низкого эффективного атомного номера ( $Z_{ef} < 6$ ) он имеет очень низкую чувствительность к гамма-излучению, поэтому непригоден для одновременной регистрации нейтронного и гамма-излучений. Кроме того, недостатком известного детектора является невозможность его использования в качестве детектора кольцевого или арочного типа, обеспечивающего регистрацию излучений в плоском угле  $2\pi$  или  $\pi$ .

Известен световолоконный детектор (Свидетельство РФ на полезную модель № 1756, МПК<sup>6</sup> G01T 5/08, опубл. 16.02.1996), представляющий собой сборку сцинтилляционных волокон на основе галогенидов серебра. Однако известный световолоконный детектор не чувствителен к нейтронам и не пригоден для использования в качестве детектора нейтронного излу-

чения. Возможность регистрации излучения в плоском угле  $2\pi$  или  $\pi$  с использованием известного световолоконного детектора в известной полезной модели не предусмотрена.

Известен сцинтилляционный световод (Патент РФ 2154290, МПК<sup>7</sup> G02B 6/02, опубл. 10.08.2000), который используют для обнаружения и регистрации ионизирующего излучения (рентгеновского, гамма-, альфа- и электронного). Состав сцинтилляционного световода – твердые растворы на основе галогенидов серебра, мас. %: AgCl 17,980–27,000; AgBr 82,000–72,499; AgI 0,010–0,500, активированные добавками либо таллия, либо хрома, либо европия, либо церия в количестве 0,01–0,001 мас. %. Однако известный сцинтилляционный световод непригоден для одновременной регистрации гамма- и нейтронного излучения. Возможность регистрации излучения в плоском угле  $2\pi$  или  $\pi$  с использованием известного сцинтилляционного световода не предусмотрена.

Известен световолоконный сцинтилляционный детектор (*Salomon M. New Measurements of Scintillating Fibers Coupled to Multianode Photomultipliers / M. Salomon. IEEE Trans. Nucl. Sci. 1992. Vol. 39. P. 671*). Такой детектор содержит сборку органических сцинтилляционных волокон (до нескольких тысяч волокон) и фотоприемное устройство. Известный детектор используется для регистрации треков быстрых заряженных частиц в калориметрах различного типа. Однако органические сцинтилляционные волокна, входящие в известный световолоконный сцинтилляционный детектор, имеют низкий эффективный атомный номер и, соответственно, невысокую эффективность регистрации гамма-излучения. Таким образом, известный световолоконный сцинтилляционный детектор непригоден для одновременной регистрации и обнаружения гамма- и нейтронного излучений. Кроме того, волокна, входящие в состав известного световолоконного сцинтилляционного детектора, рассчитаны на получение информации о треках частиц, а потому имеют форму цилиндров с небольшой длиной, что обеспечивает малый плоский угол регистрации излучений. Таким образом, известный световолоконный сцинтилляционный детектор непригоден для использования в качестве детектора кольцевого или арочного типа, обеспечивающего одновременную регистрацию и обнаружение нейтронного и гамма-излучений в плоском угле  $2\pi$  или  $\pi$ .

Наиболее близким к заявляемому является световолоконный сцинтилляционный детектор (Патент РФ 2262722 МПК<sup>7</sup>, G01T 5/08, опубл. 20.10.2005), содержащий сборку коротких сцинтилляционных волокон (волоконных кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ), предназначенных для регистрации гамма-излучения, и фотоприемное устройство, находящиеся в оптическом контакте друг с другом. Однако известный световолоконный сцинтилляционный детектор способен регистрировать и обнаруживать только гамма-излучение и непригоден для регистрации и обнаружения нейтронного излучения, т. е. он непригоден для одновременной регистрации и обнаружения гамма- и нейтронного излучений. Кроме того, известный световолоконный сцинтилляционный детектор (сборка волокон) обеспечивает лишь малый плоский угол регистрации излучений. Таким образом, известный световолоконный сцинтилляционный детектор непригоден для использования в качестве детектора кольцевого или арочного типа, обеспечивающего одновременную регистрацию и обнаружение нейтронного и гамма-излучений в плоском угле  $2\pi$  или  $\pi$ .

Задачей изобретения является разработка световолоконного сцинтилляционного детектора, предназначенного для одновременной регистрации и обнаружения гамма- и нейтронного (быстрые и тепловые нейтроны) излучений, обеспечивающего повышенный плоский угол регистрации излучений:  $2\pi$  (детектор кольцевого типа) или  $\pi$  (детектор арочного типа).

Поставленная задача решается с помощью предлагаемого световолоконного сцинтилляционного детектора, содержащего сборку сцинтилляционных волокон и фотоприемное устройство, находящиеся в оптическом контакте друг с другом, благодаря тому, что сборка сцинтилляционных волокон содержит сцинтилляционные волокна трех типов, чувствительных соответственно к гамма-излучению, быстрым и тепловым нейтронам, сборка помещена в единую оболочку с внутренним светоотражающим покрытием, выполнена в виде сцинтилляционного кабеля и имеет форму кольца или арки, а фотоприемное устройство состоит из двух фотоприемников, расположенных в противоположных торцах сборки сцинтилляционных волокон. Волокна для регистрации гамма-излучения выполнены в виде волоконных кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ , волокна для регистрации быстрых нейтронов выполнены из водородсодержащего пластика, а волокна для регистрации быстрых нейтронов выполнены из  $^6\text{Li}$ -содержащего силикатного

стекла, активированного  $\text{Ce}^{3+}$ . Между фотоприемниками и сборкой сцинтилляционных волокон дополнительно введен сместитель спектра.

Сущность изобретения заключается в том, что световолоконный сцинтилляционный детектор, содержит сборку сцинтилляционных волокон, предназначенных для регистрации гамма-излучения (волоконных кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ), и фотоприемное устройство, находящиеся в оптическом контакте друг с другом, причем сборка сцинтилляционных волокон помещена в единую оболочку с внутренним светоотражающим покрытием, выполнена в виде сцинтилляционного кабеля и имеет форму кольца или арки и дополнительно содержит волокна для регистрации быстрых нейтронов (из водородсодержащего пластика) и тепловых нейтронов (из  $^6\text{Li}$ -содержащего силикатного стекла, активированного  $\text{Ce}^{3+}$ ), а фотоприемное устройство состоит из двух фотоприемников, расположенных в противоположных торцах сборки сцинтилляционных волокон. Между фотоприемником и сборкой сцинтилляционных волокон дополнительно введен сместитель спектра.

Применение в сборке сцинтилляционных волокон трех типов волокон обеспечивает одновременную регистрацию и обнаружение гамма-излучения, быстрых и тепловых нейтронов. Особая форма сборки сцинтилляционных волокон (в виде сцинтилляционного кабеля в форме кольца или арки) обеспечивает регистрацию излучения в большом плоском угле ( $2\pi$  или  $\pi$ ), что увеличивает чувствительность детектора. Применение единой оболочки с внутренним светоотражающим покрытием для сборки сцинтилляционных волокон, т. е. сцинтилляционного кабеля, и применение двух фотоприемников на обоих торцах сборки сцинтилляционных волокон повышает светосбор, что увеличивает чувствительность детектора.

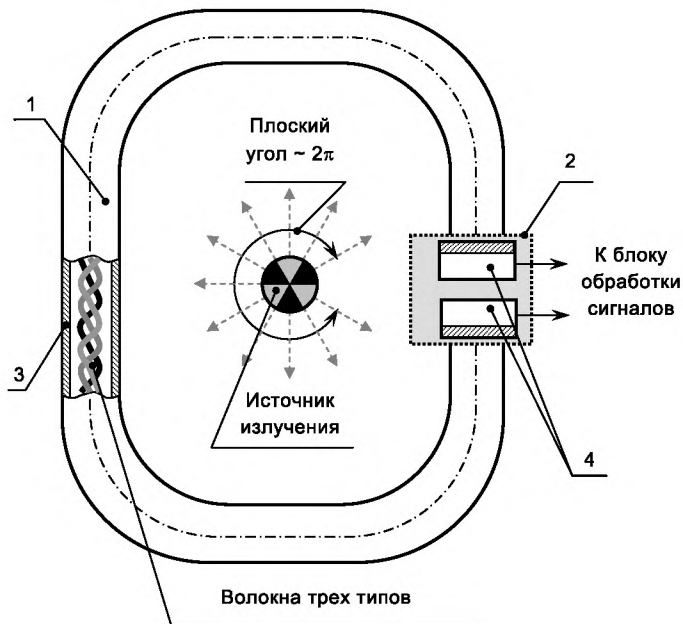
Предлагаемое изобретение поясняется чертежами: на фиг. 1 представлена схема световолоконного сцинтилляционного детектора со сборкой сцинтилляционных волокон, выполненной в виде кольца; на фиг. 2 – схема световолоконного сцинтилляционного детектора со сборкой сцинтилляционных волокон, выполненной в виде арки.

Предлагаемое устройство содержит сборку сцинтилляционных волокон 1 и фотоприемное устройство 2, находящиеся в оптическом контакте

друг с другом. Сборка сцинтилляционных волокон 1 содержит сцинтилляционные волокна трех типов:

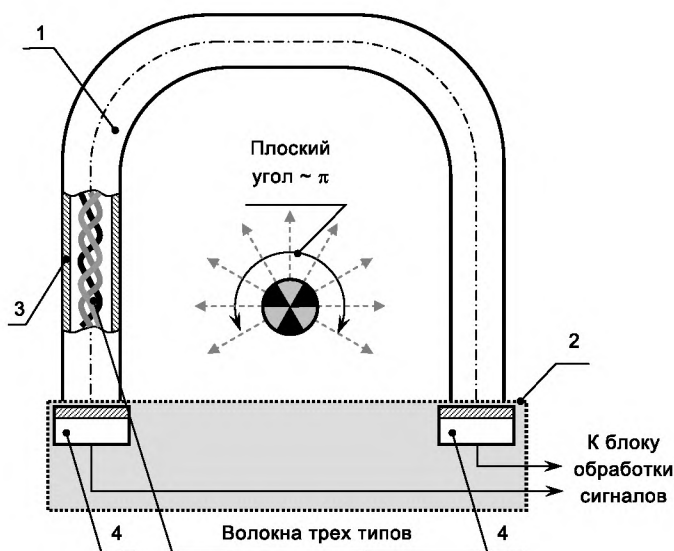
- 1) волокна, чувствительные к гамма-излучению, представляющие собой волоконные кристаллы  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ;
- 2) волокна, чувствительные к быстрым нейтронам, изготовленные из водородсодержащего сцинтиллирующего пластика;
- 3) волокна, чувствительные к тепловым нейтронам, изготовленные из  $^6\text{Li}$ -содержащего силикатного стекла ( $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-MgO-CaO-SiO}_2\text{-Ce}^{3+}$ ).

Сборка сцинтилляционных волокон 1 помещена в единую оболочку 3 с внутренним светоотражающим покрытием, т. е. представляет собой сцинтилляционный кабель, который имеет форму кольца (фиг. 1) или арки (фиг. 2).



Фиг. 1. Световолоконный сцинтилляционный детектор со сцинтилляционным кабелем в форме кольца

В сцинтилляционном кабеле сборки сцинтилляционных волокон 1 может содержаться от одного до нескольких волокон каждого из вышеперечисленных типов. Наряду с волокнами BGO могут применяться и другие волоконные кристаллы, чувствительные к гамма-излучению, например,  $Y_3Al_5O_{12}:Ce$  или  $PbWO_4$ .



Фиг. 2. Световолоконный сцинтилляционный детектор со сцинтилляционным кабелем в форме арки

Фотоприемное устройство 2 выполнено в виде двух фотоприемников 4, расположенных в противоположных торцах сборки сцинтилляционных волокон 1. Каждый из фотоприемников 4 имеет оптический контакт с каждым волокном сборки сцинтилляционных волокон 1 и выполнен в виде PIN-фотодиода (или ПЗС-фотоприемника) с максимумом спектральной чувствительности, соответствующим максимуму спектра люминесценции сборки сцинтилляционных волокон 1. Если на практике соответствие между спектральной чувствительностью фотоприемников 4 и максимумом

спектра люминесценции сборки сцинтилляционных волокон 1 не выполняется (в силу специфики выбора сцинтилляционных волокон или фотоприемников), в устройство между фотоприемниками 4 и сборкой сцинтилляционных волокон 1 дополнительно вводят сместитель спектра (выполненный, например, по известному патенту РФ 2248588 (Б. и. 20.03.2005 № 8, МПК G01T 1/20, 3/06)).

Работа устройства в смешанных (гамма-излучение плюс нейтроны) полях ионизирующих излучений происходит следующим образом. Под воздействием гамма-излучения в волокнах, чувствительных к гамма-излучению, возникают световые вспышки – сцинтилляции. Последние по волокну (где бы они в волокне не возникали) поступают на фотоприемники 4. Поскольку в качестве фотоприемников используются PIN-фотодиоды или ПЗС-фотоприемники, с максимумом спектральной чувствительности, как правило, в красной области спектра наиболее подходящим материалом для волокон, чувствительных к гамма-излучению, является ортогерманат висмута  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO), максимум спектра люминесценции которого приходится на 490 и 505 нм, полоса свечения – 470–560 нм. Волокна BGO выпускаются в промышленном масштабе французской фирмой FIBERCRYST.

Под воздействием быстрых нейтронов в волокнах, чувствительных к быстрым нейтронам, в волокнах водородсодержащего сцинтиллирующего пластика возникают протоны отдачи, которые вызывают в пластике световые вспышки – сцинтилляции. Последние по волокну (где бы они в волокне не возникали) поступают на фотоприемники 4. Поскольку в качестве фотоприемников используются PIN-фотодиоды (или ПЗС-фотоприемники) с максимумом спектральной чувствительности, как правило, в красной области спектра наиболее подходящим материалом для волокон, чувствительных к быстрым нейтронам, является сцинтиллирующий пластик с максимумом свечения в красной области. Такой сцинтиллирующий пластик выпускается в промышленном масштабе Харьковским институтом монокристаллов. Либо используется типовой пластик с синим спектром свечения и сместителем спектра.

Под воздействием тепловых нейтронов в волокнах, чувствительных к тепловым нейтронам, в частности в стекловолокнах из  ${}^6\text{Li}$ -содержащего

силикатного стекла ( $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-MgO-CaO-SiO}_2\text{-Ce}^{3+}$ ), протекает реакция  ${}^6\text{Li}(n, \alpha)\text{T}$ . Получающиеся в результате этой реакции  $\alpha$ -частицы возбуждают ионы церия  $\text{Ce}^{3+}$ . Спонтанное снятие возбуждения в ионах церия  $\text{Ce}^{3+}$  приводит к появлению в стекловолкне световых вспышек – сцинтилляций с максимумом спектра люминесценции в области 390–400 нм. Эти сцинтилляции по волокну (где бы они в волокне не возникали) поступают на фотоприемники 4 через сместитель спектра. В стекловолкнах регистрируются тепловые нейтроны первичного спектра, а также тепловые нейтроны, возникшие в результате замедления быстрых нейтронов в пластиковых волкнах сцинтилляционного кабеля.

Обработка информации, полученной с помощью фотоприемников 4, производится в дальнейшем с помощью блока электронной обработки сигналов (на фиг. 1 и 2 не показан).

### Формула изобретения

1. *Световолоконный сцинтилляционный детектор*, содержащий сборку сцинтилляционных волкн, предназначенных для регистрации гамма-излучения (волкн  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ), и фотоприемное устройство, находящиеся в оптическом контакте друг с другом, *отличающийся тем*, что сборка сцинтилляционных волкн дополнительно содержит волкна для регистрации тепловых нейтронов и волкна для регистрации быстрых нейтронов, помещена в единую оболочку с внутренним светоотражающим покрытием, выполнена в виде сцинтилляционного кабеля и имеет форму кольца или арки, а фотоприемное устройство состоит из двух фотоприемников, расположенных в противоположных торцах сборки сцинтилляционных волкн.

2. *Световолоконный сцинтилляционный детектор по п. 1, отличающийся тем*, что волкна для регистрации быстрых нейтронов выполнены из водородсодержащего пластика, а волкна для регистрации тепловых нейтронов выполнены из  ${}^6\text{Li}$ -содержащего силикатного стекла, активированного  $\text{Ce}^{3+}$ .

3. *Световолоконный сцинтилляционный детектор по п. 1, 2, отличающийся тем*, что между фотоприемниками и сборкой сцинтилляционных волкн дополнительно введен сместитель спектра.



**Патент 2347741 РФ**  
**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ**  
**ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ**  
**ФТОРИДА ЛИТИЯ ИЛИ ФТОРИДА НАТРИЯ**

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 1/202

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2347741 РФ. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида лития или фторида натрия / А. Н. Черепанов, Е. Г. Голиков, В. Ю. Иванов, А. В. Кружалов, Ф. Г. Нешов, В. Л. Петров, Б. В. Шульгин, Ю. Ю. Упорова, М. М. Кидибаяв, В. Г. Пушин, Н. В. Николаева, В. Б. Малков. Заявл. 27.08.2007; опубл. 27.02.2009. Бюл. № 6.

**Реферат**

Применение: для получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе.

Суть изобретения заключается в том, что нанокристаллы фторида лития или фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают с использованием распыляющего пучка, в качестве которого применяют ионные циклотронные пучки ионов гелия  $\text{He}^+$  или ионов азота  $\text{N}^{3+}$ , которыми облучают в мишенной камере циклотрона в вакууме исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия так, что происходит их малоугловое направленное распыление (абляция) вперед. Исходные кристаллы предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода и сохраняют нагретыми во время всего процесса облучения. При этом на подложке формируются отдельные нанокристаллы или нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов. Для повышения качества сплошных нанокристаллических покрытий распыление исходных кристаллов ведут в электрическом поле, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.

Технический результат: получение нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе на раз-

личных подложках (органических и неорганических, включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные подложки) и возможность создания нанокристаллических покрытий сплошного или островкового типа.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области получения нанокристаллов неорганических материалов и нанокристаллических покрытий на их основе, а именно относится к области получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе на подложках из различных материалов: неорганических (включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные материалы) или органических. Изобретение представляет интерес для решения ряда проблем нанотехнологий, связанных с разработкой нанокристаллических структур и гетероструктур, пригодных для создания оптоэлектронных блоков и систем многоцелевого назначения, в частности, таких, как волноводы, микродетекторы, индикаторы и визуализаторы ионизирующих излучений для систем радиационного мониторинга и систем неразрушающего контроля, для устройств, обеспечивающих генерацию, ограничение (ослабление) и усиление света с использованием активных одномодовых канальных волноводов, для получения миниатюрных широкополосных усилителей и лазеров, совместимых с интегральными оптическими элементами.

Известен механохимический способ получения нанокристаллов  $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$  из кристаллов фторидов  $\text{CaF}_2$  и  $\text{LaF}_3$  (Соболев Б. П., Свиридов И. А., Фадеева В. И., Сульянов С. Н., Сорокин Н. И., Жмурова З. И., Эрреро П., Ланда-Кановас А., Рохас Р. М.. Кристаллография. 2005. Т. 50, № 3. С. 524–531). Синтез нанокристаллов по известному способу осуществляют помолом смесей исходных ингредиентов  $\text{CaF}_2$  и  $\text{LaF}_3$ , например, 90 %  $\text{CaF}_2$  и 10 %  $\text{LaF}_3$  или 80 %  $\text{CaF}_2$  и 20 %  $\text{LaF}_3$  в планетарной мельнице в атмосфере аргона. Известный способ позволяет получать нанокристаллы нестехиометрической фазы  $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$  в виде объемной массы размером от 5 до 50 нм, в среднем 20–30 нм. Однако известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы и нанокристаллические покрытия на их основе толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов на раз-

личных подложках, не позволяет получать нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа.

Известен способ получения планарных гетероструктур на базе кристаллов фторида лития с приповерхностным нано-, микроструктурированным слоем, включающий облучение исходных кристаллов фторида лития энергетическим пучком электронов или ионов гелия  $\text{He}^+$  (*Monterea R. M. et al. Opt. Comm.* 1988, V. 153. P. 233; *Mussi et al. Appl. Phys. Lett.* 2003. V. 82. P. 3886; *Kawamura K. et al. Appl. Phys. Lett.* 2004. V. 84. P. 311; *Bofigli et F. al. Opt. Materials.* 2003, V. 24. P. 291-296; *Kirobori T. et al. Y. Phys. Condens. Natter.* 2003, V. 15, P. L399). Известный способ позволяет получать приповерхностные нано- и микроразмерные покрытия (слои) только на исходном кристалле вследствие радиационной модификации: в приповерхностных слоях исходного кристалла в результате облучения образуются наноразмерные дефекты в виде заполненных электронами вакансий (центров окраски, включая агрегатные центры окраски) или имплантированных атомов (ионов) гелия  $\text{He}^+$ , используемых для облучения. Толщина модифицированных приповерхностных слоев зависит от глубины проникновения энергетического пучка электронов или ионов гелия  $\text{He}^+$  в кристалл, которая определяется энергией пучка. Толщина модифицированных приповерхностных слоев может достигать величины от нескольких нанометров до нескольких микрон и более в случае облучения кристаллов фторида лития глубокопроникающим пучком электронов высоких энергий. Эти дефектные приповерхностные слои являются элементами планарной гетероструктуры. Однако известный способ позволяет получать нано-, микроструктурированные слои только на исходном облучаемом кристалле (мишени) и не позволяет размещать эти нано-, микроструктурированные слои на носителях-подложках другого типа: органических и неорганических (металлических, керамических и др). Кроме того, известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы.

Известен способ получения наноструктурированных приповерхностных слоев (элементов волоконных гетероструктур) кристалловолокон фторида лития или фторида натрия, включающий облучение исходных кристалловолокон циклотронным ионным пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  или ионов азота  $\text{N}^{3+}$  (Пат. 22822114 РФ, МПК G01T 1/20, 1/202, 2006. Бюл. № 23).

Суть известного способа заключается в облучении вращающихся исходных кристалловолокон фторида лития или фторида натрия пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ и флюенсом в пределах от  $10^{15}$  до  $10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> или пучком ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ и флюенсом в пределах от  $5 \cdot 10^{14}$  до  $8 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> в мишенной камере циклотрона при вакууме  $\sim 10^6$  мм рт. ст. В результате облучения в приповерхностных слоях исходных кристалловолокон фторида лития или фторида натрия образуются тонкие наноразмерные дефектные слои, толщина которых зависит от энергии облучающих ионов. Однако известный способ (пат. 22822114 РФ) позволяет получать наноструктурированные слои только на исходных облучаемых кристалловолоконках (мишенях) и не позволяет размещать эти наноструктурированные слои на носителях-подложках другого типа: органических и неорганических (металлических, керамических и др). Кроме того, известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы.

Наиболее близким к заявляемому является способ получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, включающий распыление на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, в качестве которого используют пучок высокоэнергетического лазерного излучения (так называемый метод лазерной абляции) (Шульгин Б. В., Иванов В. Ю., Черепанов А. Н., Королева Т. С., Иванов М. Г. и др. Материаловедение, 2006, № 3. С. 43–47; Люминесценция объемных, волоконных и наноразмерных кристаллов  $\text{LiF}$  и  $\text{NaF}$  / А. Н. Черепанов, В. Ю. Иванов, Т. С. Королева, Б. В. Шульгин. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ–УПИ, 2006. 304 с.). В рамках известного способа нанокристаллы фторида лития или фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают в мишенной камере распыления путем облучения исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия мощным импульсным инфракрасным  $\text{CO}_2$ -лазером в атмосфере воздуха. Энергия каждого лазерного импульса – 1,3–1,6 Дж, пиковая мощность – 7–9 кВт, частота следования импульсов – 1 Гц, длительность импульса  $\sim 300$  мкс. Излучение лазера фокусируют линзой из хлорида калия и направляют на мишень под углом  $45^\circ$ . В точке касания луча поверхности ис-

ходного кристалла (мишени) возникает факел, состоящий из наночастиц распыляемого материала. Подложку устанавливают над мишенью примерно параллельно облучаемой поверхности мишени так, чтобы расстояние между мишенью и подложкой не превышало размеров лазерного факела (несколько миллиметров). Испаряемый лазерным пучком фторид лития или фторид натрия разлетается в  $2\pi$ -геометрии в виде нанокристаллов и осаждается на подложке. Известный способ позволяет получать нанокристаллы фторида лития или фторида натрия с размерами от 5 нм и выше и нанокристаллические покрытия на их основе со средними размерами нанокристаллов в покрытии  $\sim 60$  нм. Однако известный способ из-за высокой скорости процесса лазерного распыления (абляции) не позволяет надежно управлять толщиной нанокристаллических покрытий, особо, когда требуется получить нанокристаллические покрытия толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов. Кроме того, из-за отсутствия однозначно направленных импульсов у распыляемых при лазерной абляции в  $2\pi$ -геометрии наночастиц фторида лития или фторида натрия их адгезия к подложке (прилипание к подложке) оказывается слабой, так что требуется специальный подогрев подложки (до температуры, равной 30–70 % от температурам плавления распыляемых материалов) в течение всего процесса распыления. В противном случае нанокристаллические покрытия оказываются низкого качества и могут просто осыпаться. Это является существенным недостатком известного способа.

В предлагаемом способе получение нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе осуществляют распылением на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, в качестве которого используют циклотронные пучки ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ или ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ, облучение ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме не хуже  $10^{-6}$  мм рт. ст., исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия располагают под углом  $10\text{--}15^\circ$  относительно пучка ионов и облучают до флюенсов  $5 \cdot 10^{15} - 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> при постоянном нагреве в течение всего процесса облучения с помощью контактного платинового электрода, исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия в течение 10–20 минут до об-

лучения предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода до температуры 740–760 °С для кристалла фторида лития и 850–890 °С для кристалла фторида натрия; нагрев до этих температур поддерживают в течение всего последующего процесса облучения; распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут на подложку, которую располагают перпендикулярно распыляемой поверхности исходных кристаллов так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов; распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут в электрическом поле напряженностью 1000–3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.

Предварительный нагрев исходных кристаллов в вакууме до высокой температуры приводит к очистке их поверхности от водных, углеродных, азотных и других газовых включений. Под действием ионного пучка происходит направленное малоугловое ионное распыление вперед (направленная малоугловая абляция) нагретых до достаточно высоких температур (около 85 % относительно  $T_{пл}$ ) приповерхностных слоев исходных кристаллов LiF или NaF, так что выбитые из приповерхностных слоев кристаллов отдельные ионы или наночастицы исходного вещества имеют направленный импульс малоуглового рассеяния вперед. В итоге эти наночастицы оказываются вбитыми, вколоченными в подложку из неорганического (включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные материалы) или органического материала, например, на подложку из стеклоглерода, кремния, фторида лития или фторида натрия. При этом как отдельные наночастицы, так и нанокристаллические покрытия оказываются прочно связанными с подложкой. Подогрева подложки не требуется.

Подложку устанавливают в мишенной камере циклотрона вблизи исходного кристалла перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы прямой пучок ионов на подложку не попадал (фиг. 1). В силу статистического характера взаимодействия ионов циклотронных пучков с атомами приповерхностных слоев распыляемого материала (фторида лития или фторида натрия) на подложке формируются покрытия из наночастиц сплошного или островкового типа. Для управления

процессом получения сплошных нанокристаллических покрытий высокого качества распыление исходных материалов ведут в электрическом поле напряженностью 1000–3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом. Приложенное напряжение улучшает качество нанокристаллических покрытий в следствие того, что оно способствует снижению, рассасыванию объемного заряда, накапливаемого на подложке в процессе малоуглового рассеяния ионов первичного пучка.



Фиг. 1. Схема метода получения нанокристаллических покрытий

Таким образом, сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что нанокристаллы фторида лития или фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают с использованием распыляющего пучка, в качестве которого применяют ионные циклотронные пучки ионов гелия  $\text{He}^+$  или ионов азота  $\text{N}^{3+}$ , которыми облучают в мишенной камере циклотрона в вакууме исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия так, что происходит их малоугловое направленное распы-

ление (абляция) вперед. Исходные кристаллы предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода и сохраняют нагретыми во время всего процесса облучения. При этом на подложке формируются отдельные нанокристаллы или нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов. Для повышения качества сплошных нанокристаллических покрытий распыление исходных кристаллов ведут в электрическом поле, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом. Предварительный нагрев исходных материнских кристаллов в вакууме необходим для очистки поверхности кристаллов от газовых включений, от сорбатов. Нагрев во время всего процесса облучения необходим для уменьшения связи ионов лития/натрия и фтора с кристаллической решеткой и для увеличения выхода нанокристаллов в результате малоуглового распыления вперед распыляемого материала. Аттестация полученных нанокристаллов фторида лития и натрия и нанокристаллических покрытий на их основе проводилась с использованием методов электронной сканирующей микроскопии (использовались микроскоп японской фирмы YEOL JSM-5900 LV и микроскоп Quanta-20 фирмы «Филипс»).

Преимуществом предлагаемого способа получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе является их высокая адгезия к различным подложкам (органическим и неорганическим, включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные подложки), а также возможность создания нанокристаллических покрытий сплошного или островкового типа.

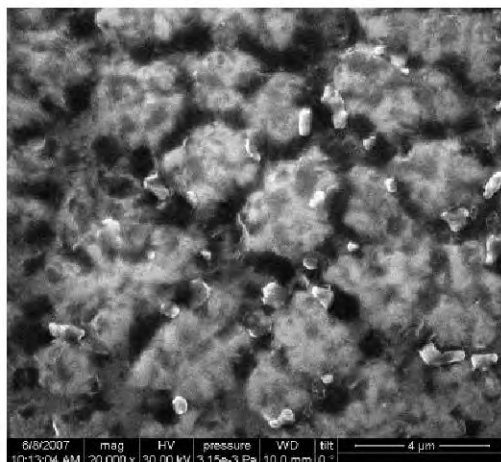
Дополнительным преимуществом предлагаемого способа является возможность получения не только чистых, беспримесных нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, но и активированных примесями нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе. В частности, возможно получение нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, активированных люминесцентно-активными примесями, например ураном.



*Пример 1.* Способ получения нанокристаллов фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе.

Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают из исходных кристаллов фторида натрия путем их направленного радиационного распыления вперед на подложку с помощью пучка ускоренных ионов азота  $N^{3+}$ . Схема процесса радиационного распыления приведена на фиг. 1, на которой указано направление пучка ионов, положение исходного кристалла мишени и положение подложки. Распыление исходного кристалла фторида натрия размером  $10 \times 10 \times 1 \text{ мм}^3$  ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме  $10^{-6} \text{ мм рт. ст.}$  Кристалл располагают под углом  $15^\circ$  относительно оси пучка ионов азота  $N^{3+}$ . Энергия ионов  $N^{3+}$  равна 10 МэВ. Перед облучением исходный кристалл фторида натрия нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода до температуры  $860^\circ \text{C}$  в течении 15 минут, после чего кристалл облучают пучком ионов азота до флюенса  $10^{16} \text{ ион/см}^2$  (продолжительность облучения зависит от тока пучка). Температуру кристалла во время облучения с помощью контактного платинового электрода поддерживают на уровне  $860^\circ \text{C}$ . Под действием пучка ионов азота происходит направленное распыление (абляция) поверхностного слоя исходного кристалла фторида натрия с участием нескольких возможных процессов. При ударном взаимодействии ионов азота, имеющих энергию 10 МэВ, с ядрами фтора и натрия, может происходить их выбивание из узлов кристаллической решетки, в результате чего образуются ионы фтора и натрия, распыляемые под малым углом вперед, которые образуют наночастицы фторида натрия на подложке. Происходит и другой процесс, связанный с разогревом поверхностного слоя распыляемого вещества фторида натрия за счет трековых эффектов, вызывающих абляционное распыление вперед наночастиц, которые попадают на подложку, вколачиваются, вжигаются в нее, обеспечивая их высокую адгезию к подложке. Подложку из неорганического или органического материала, в данном примере из стеклоуглерода, устанавливают перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов. Электрическое поле не прикладывают. В результате на подложке формируются почти сплошные нанокристаллические покрытия островкового типа из от-

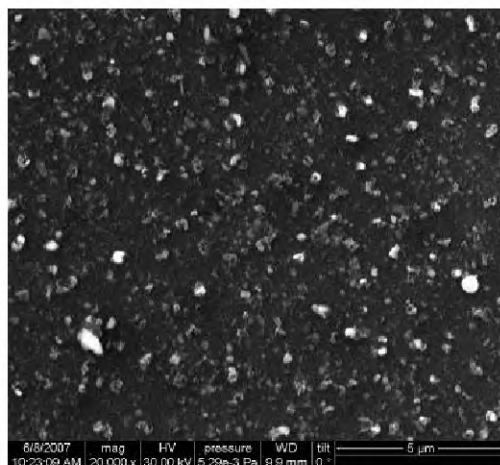
дельных наночастиц фторида натрия и их агрегатов (фиг. 2). Размеры агрегатов наночастиц от 60 до 400 нм. Аналогичным образом получают люминесцирующие покрытия на основе NaF:U с зеленым свечением.



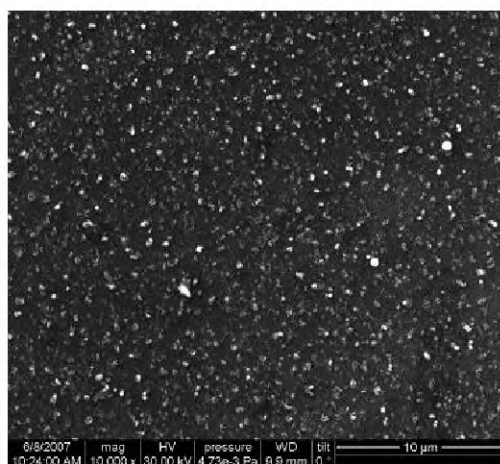
Фиг. 2. Сплошные нанокристаллические покрытия островкового типа из отдельных наночастиц фторида натрия и их агрегатов

*Пример 2.* Способ получения нанокристаллов фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе (аналогично примеру 1, но с приложенным электрическим полем).

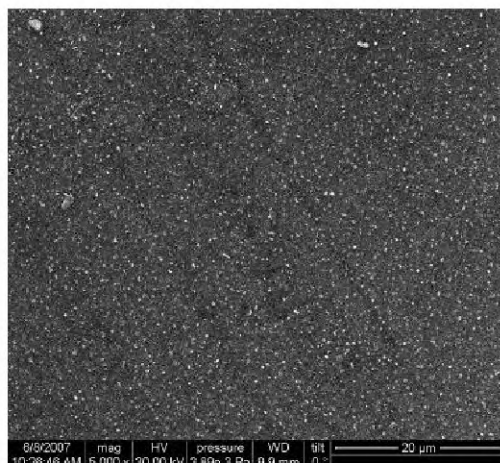
Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают так же, как в примере 1, но между подложкой и контактным платиновым электродом прикладывают электрическое поле напряженностью 1000–3000 В/см, которое поляризует образуемые молекулы и нанокластеры фторида натрия и обеспечивает (стимулирует) их направленное движение к подложке. Электрическое поле обеспечивает более равномерное, чем в примере 1, распределение наночастиц на подложке и получение наночастиц более высокого качества. В результате на подложке образуются сплошные нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, показанные на фиг. 3–5 при различном увеличении. Размеры наночастиц в нанокристаллических покрытиях – от 15 до 120 нм.



Фиг. 3. Нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, полученные с приложенным электрическим полем. Увеличение  $\times 20\,000$



Фиг. 4. Нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, полученные с приложенным электрическим полем. Увеличение  $\times 10\,000$



Фиг. 5. Нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, полученные с приложенным электрическим полем. Увеличение  $\times 5\,000$

*Пример 3.* Способ получения нанокристаллов фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе (аналогично примеру 1, но при низкой температуре разогрева мишени).

Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают так же, как в примере 1, но перед облучением исходный кристалл фторида натрия нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода не до  $860\text{ }^{\circ}\text{C}$ , а до  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  и поддерживают такую же температуру в течении всего процесса облучения. Низкая температура нагрева не обеспечивают эффективного распыления поверхностного слоя исходного кристалла фторида натрия на подложку. В результате нанокристаллические покрытия формируются не регулярно и в виде отдельных случайных сгустков.

*Пример 4.* Способ получения нанокристаллов фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе (аналогично примеру 2, но при более высокой флюенсе облучения).

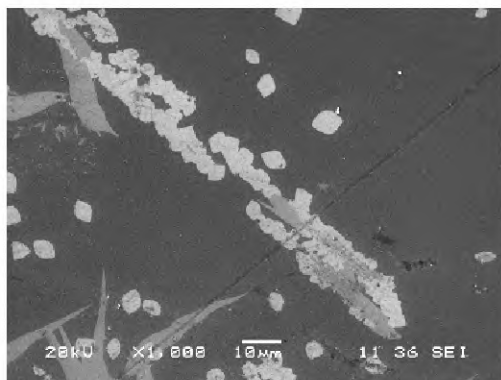
Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают так же, как в примере 2, но кристалл облучают пучком ионов азота до флюенса  $10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> (продолжительность облучения зависит от тока пучка). В результате на подложке образуются сплошные нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия типа покрытий из примера 2, но более плотные. Более высокий флюенс (более  $10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>) требует больших затрат и экономически не эффективен.

Приемлемыми энергиями ионов  $N^{3+}$  и  $He^+$ , применяемых для распыления кристаллов NaF и получения нанокристаллических покрытий, являются энергии в пределах  $16 \pm 6$  МэВ и  $3 \pm 2$  МэВ соответственно.

*Пример 5.* Способ получения нанокристаллов фторида лития и нанокристаллических покрытий на их основе.

Нанокристаллы фторида лития и нанокристаллические покрытия на основе фторида лития получают из исходных материнских кристаллов фторида лития путем их направленного радиационного распыления вперед с помощью пучка ускоренных ионов гелия  $He^+$ . Схема процесса радиационного распыления такая же, как и в примере 1, она приведена на фиг. 1. Распыление исходного кристалла фторида лития размером  $10 \times 10 \times 1$  мм<sup>3</sup> ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме  $10^{-6}$  мм рт. ст. Кристалл располагают под углом  $15^\circ$  относительно оси пучка ионов гелия. Энергия ионов гелия  $He^+$  3 МэВ. Перед облучением исходный кристалл LiF нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода до температуры  $750^\circ C$  в течении 10 мин, после чего кристалл облучают пучком ионов гелия до флюенса  $10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Температуру кристалла во время облучения с помощью контактного платинового электрода поддерживают на уровне  $750^\circ C$ . Под действием пучка ионов гелия происходит малоугловое направленное вперед распыление (абляция) поверхностного слоя исходного кристалла фторида лития на подложку из фторида лития. Процессы распыления исходного вещества аналогичны процессам, протекающим при распылении фторида натрия (см. пример 1). Подложку из неорганического или органического материала, в данном примере подложку из фторида лития, устанавливают перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов. Электрическое поле не прикладывают. В результате на под-

ложке образуются нанокристаллические покрытия из наночастиц LiF островкового типа (фиг. 6). Более равномерные нанокристаллические покрытия на основе LiF образуются при приложении электрического поля порядка 1000–3000 В/см между распыляемым материнским кристаллом и подложкой.



Фиг. 6. Нанокристаллические покрытия из наночастиц LiF островкового типа

### Формула изобретения

1. *Способ получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, включающий распыление на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, отличающийся тем, что в качестве энергетического распыляющего пучка используют циклотронные пучки ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией  $3 \pm 2$  МэВ или ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $16 \pm 6$  МэВ, облучение ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме не хуже  $10^{-6}$  мм рт. ст., исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия располагают под углом  $10\text{--}15^\circ$  относительно пучка ионов и облучают до флюенсов  $5 \cdot 10^{15} - 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> при постоянном нагреве в течение всего процесса облучения с помощью контактного платинового электрода.*

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия в течение 10–20 минут до облучения предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода до температуры 740–760 °С для кристалла фторида лития и 850–890 °С для кристалла фторида натрия; нагрев до этих температур поддерживают в течение всего последующего процесса облучения.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут на подложку, которую располагают перпендикулярно распыляемой поверхности исходных кристаллов так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут в электрическом поле напряженностью 1000–3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.

**Патент 2357273 РФ**

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ РАБОЧЕГО ВЕЩЕСТВА  
ДЛЯ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ДЕТЕКТОРА НЕЙТРОНОВ**

Код(ы) МПК

G01T 1/00, 1/20, 3/06

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2357273 РФ. Способ получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов / А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, И. И. Мильман, А. В. Кружалов, Ю. Ю. Упорова, А. В. Ищенко, Т. С. Королева, М. М. Кидибаяв. Заявл. 11.02.2008; опубл. 27.05.2009. Бюл. № 15.

**Реферат**

**Использование:** для стационарного контроля плотности потока и флюенсов нейтронов в активной зоне ядерных реакторов, для периодического контроля доз нейтронного облучения реакторных конструкционных материалов, для решения задач радиационного материаловедения, для использования в качестве детекторов сопровождения изделий и предметов медицинского назначения при их стерилизации в ядерном реакторе, а также для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов в сверхглубоких скважинах.

**Сущность изобретения:** для получения рабочего вещества для ТЛД нейтронов на основе фторида натрия, активированного ураном, готовят исходную шихту в виде смеси ингредиентов, в которую, кроме фторида натрия, активированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887–99,988,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,01–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,001–0,003, после чего смесь исходных ингредиентов расплавляют и из расплава выращивают рабочее вещество для ТЛД нейтронов в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе.

**Технический результат:** получаемые по предлагаемому способу рабочее вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов имеют основной рабочий пик ТСЛ в высокотемпературной области при 520–525 °С, они устойчивы к флюенсам нейтронов ядерного реактора до  $10^{16}$ – $10^{18}$  см<sup>-2</sup>,



запасают под действием нейтронов светосумму и из-за малого фединга способны хранить светосумму в течение нескольких лет.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области дозиметрии нейтронного излучения и может быть пригодно для стационарного контроля плотности потока и флюенсов нейтронов в активной зоне ядерных реакторов, для периодического контроля доз нейтронного облучения реакторных конструкционных материалов для решения задач радиационного материаловедения, связанных с контролем доз внутриреакторного облучения испытуемых изделий и материалов, пригодно для использования в качестве детекторов сопровождения изделий и предметов медицинского назначения, подлежащих стерилизации в ядерном реакторе, в качестве датчиков для стационарных и аварийных систем контроля ядерных реакторов атомных электростанций, для высокотемпературных измерений флюенса нейтронов стационарных, транспортных и импульсных ядерных реакторов, а также для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов в сверхглубоких скважинах.

Известно рабочее вещество для термолюминесцентного детектора рентгеновского излучения и электронов на основе кристаллов  $\text{LiF:U,Cu}$ ,  $\text{LiF:U,Sr}$ ,  $\text{NaF:U,Sr}$  и способ его получения (Термостимулированная экзoeлектронная эмиссия кристаллов фторидов лития и натрия, активированных ураном / *А. И. Слесарев, А. А. Жамангулов, М. М. Кидибаяев, В. С. Кортюв, Б. В. Шульгин* / // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 20, Вып. 9. С. 60–62). В этих кристаллах, имеющих составы  $\text{LiF:U,Cu}$ ,  $\text{LiF:U,Sr}$ ,  $\text{NaF:U,Sr}$  и выращенных из расплава по способу Киропулоса, после облучения электронами или рентгеновским излучением, наряду с термостимулированной экзoeлектронной эмиссией (ТСЭЭ), наблюдалась при примерно одних и тех же температурах и термостимулированная люминесценция (ТСЛ) с наиболее высокотемпературными пиками при 610 К (337 °С) и 714 К (441 °С) для  $\text{LiF:U,Cu}$ ; при 699 К (426 °С) и 737 К (464 °С) для  $\text{LiF:U,Sr}$ . Для  $\text{NaF:U,Sr}$  наиболее высокотемпературный пик обнаружен при 702 К (429 °С). Однако для известных рабочих веществ для термолюминесцентной дозиметрии с составами  $\text{LiF:U,Cu}$ ,  $\text{LiF:U,Sr}$ ,  $\text{NaF:U,Sr}$  сведения об их возможных термолюминесцентных свойствах после нейтронного облучения отсутствуют. Кроме того, пики ТСЛ для известных рабочих веществ

для термолюминесцентных детекторов расположены при недостаточно высоких температурах не выше 464 °С, так что известные рабочие вещества не пригодны для высокотемпературной дозиметрии ионизирующих излучений.

Известны рабочие вещества для термолюминесцентной дозиметрии электронного излучения на основе кристаллов NaF, а именно: NaF:U, NaF:Sr, NaF:Cu, NaF:Pb, NaF:U, NaF:U,Ti и NaF:U,Cr и способы их получения (TSEE (and TSL) of NaF:U,Me compounds after electron beam irradiation / *M. M. Kidibaev, B. K. Dzholdoshev, T. S. Koroleva, A. I. Slesarev, B. V. Shulgin, V. Yu. Ivanov, A. N. Tcherepanov, C. Pedrini, K. Lebbou* / Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2005. Вып. 23. С. 187–192). Однако для всех получаемых по известным способам вышеперечисленных рабочих веществ, известных только в качестве термолюминесцентных детекторов электронного излучения, пики ТСЛ расположены при температурах, недостаточных для обеспечения высокотемпературных измерений доз излучения. Например, для NaF:U наблюдается 11 пиков ТСЛ, но самый высокотемпературный зафиксирован при 736 К (463 °С). Вышеупомянутые известные рабочие вещества для термолюминесцентных детекторов были выращены из расплава методом Киропулоса в виде кристаллов, однако о возможности их применения для дозиметрии нейтронов в известном источнике не упоминается, поскольку сведений о чувствительности этих составов к нейтронам не имеется.

Известны спектры поглощения и спектры импульсной катодолуминесценции составов LiF, LiF:Sc, LiF:U, NaF, NaF:Eu, NaF:Sr, NaF:Yb, NaF:0,01%U, NaF:0,1%U, NaF:U,Ti, облученных нейтронами с реактора с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  (Neutron, ion and electron induced defects in activated LiF and NaF single crystals / *B. V. Shulgin, V. Yu. Ivanov, A. N. Tcherepanov, V. L. Petrov, A. V. Anipko, F. G. Neshov, M. M. Kidibaev, T. S. Koroleva, V. I. Solomonov, O. A. Kaigorodova* // Phys. stat. sol. (c). 2007. Vol. 4, № 3. P. 1126–1129). Однако в известном источнике нет даже упоминания о термолюминесцентных свойствах этих составов после облучения их нейтронами и о возможности использования этих составов в качестве рабочих веществ для термолюминесцентных детекторов.

Известно рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов на основе  ${}^6\text{LiF}$  (с обогащением по изотопу  ${}^6\text{Li}$ ) – это термолюминесцентный детектор TLD-700 (Limitation of the paired LiF TLD 600, 700 technique for the estimation of gamma ray dose in mixed n- $\gamma$  radiation fields: the effect of thermal neutrons / *Horowitz Y. S.* [et. al.] // Nucl. Instr. and Methods. 1970. Vol. 160. P. 317–320). Однако известный детектор TLD-700 предназначен для регистрации только тепловых нейтронов (ядерная реакция  ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$ ). Он является почти идеальным детектором тепловых нейтронов для задач персональной дозиметрии, но он не применяется для внутриреакторной дозиметрии, поскольку в спектре нейтронов деления доминируют быстрые нейтроны. Известные рабочие вещества TLD-600, 700 непригодны для высокотемпературной ( $\geq 350\text{ }^\circ\text{C}$ ) дозиметрии нейтронов, поскольку их рабочие пики ТСЛ расположены при  $T < 350\text{ }^\circ\text{C}$ .

Известны рабочие вещества для термолюминесцентных детекторов тепловых нейтронов на основе фторидных и оксидных систем (*Шавер И. Х. Термолюминесцентный метод дозиметрии нейтронов / И. Х. Шавер, В. Г. Кронгауз // Люминесцентные приемники и преобразователи ионизирующего излучения. Новосибирск: Наука. Сибирское отделение. 1985. С. 61–72; Pat. 1180246 GB. Radiation Dosimeter / M. Oberhofer, J. Jaspers. 1970. MPK G01T-1/100*). Это составы на основе  $\text{LiF}$ ,  ${}^6\text{LiF}$ ,  ${}^7\text{LiF}$ ,  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Mn}$ ,  $\text{LiF:Mg,Ti}$ ,  $\text{CuSO}_4\text{:Tm}$ ,  $\text{CaF}_2\text{:Mn}$ ,  $\text{CaF}_2\text{:Dy}$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{BeO}$ ,  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4\text{:Tb}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , стекла,  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7\text{:Dy}$  и  $\text{LiF:LiH}$ . Однако известные рабочие вещества для термолюминесцентных детекторов (ТЛД) нейтронов обладают пиками ТСЛ при невысоких температурах – ниже  $350\text{ }^\circ\text{C}$ . Это удобно для персональной дозиметрии, однако такие детекторы непригодны для высокотемпературных измерений доз флюенсов нейтронов. Они непригодны для использования в качестве ТЛД детекторов с длительным (годы) сроком хранения дозиметрической информации при повышенных температурах (аварийный режим) хранения детекторов. Они непригодны для измерения доз нейтронов в сверхглубоких скважинах при рабочих температурах от  $400\text{ }^\circ\text{C}$  и выше.

Наиболее близким к заявляемому является способ получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов на основе кристаллов  $\text{NaF:U}$  (О термолюминесценции кристаллов  $\text{NaF:U}$ , облученных реакторными нейтронами / *Б. В. Шульгин, И. И. Мильман, А. В. Кружалов,*

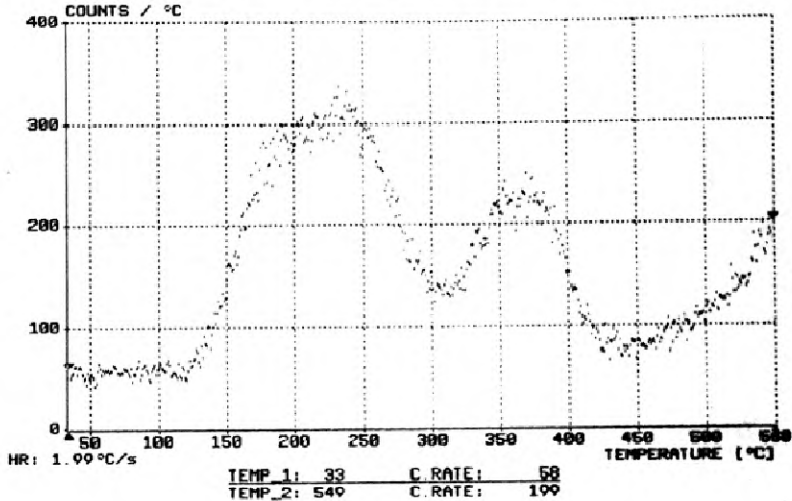
*А. Н. Черепанов, Ю. Ю. Упорова, М. М. Кидибаев, Т. С. Королева* // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2008. Вып. 24. С. 161–164.). Получаемое по известному способу рабочее вещество для термолюминесцентного детектора на основе кристаллов фторида натрия, активированных ураном, имеет состав, мол. %: NaF 99,99 и  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01, причем уран при синтезе кристаллов вводили в шихту в виде  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ . Кристаллы NaF:U получают из расплава методом Киропулоса. Из кристаллов выкалывают пластинки  $5 \times 5 \times 1 \text{ мм}^3$ , которые используют в качестве рабочих веществ для термолюминесцентных детекторов нейтронов.

Однако, кривые термостимулированной люминесценции (ТСЛ) облученных в ядерном реакторе (нейтронами с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$ ) рабочих веществ NaF:0,01 U (мол. %), получаемых по известному способу, имеют рабочие пики ТСЛ при сравнительно невысоких температурах (фиг. 1): пики ТСЛ зафиксированы при 180–260 °C, при 350–375 °C для NaF:U. Таким образом, рабочие вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов, получаемые по известному способу, непригодны для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов, они непригодны также для хранения или эксплуатации (в условиях сверхглубоких скважин) при температуре > 420–450 °C: вся запаасаемая ими светосумма будет при такой температуре высвечена, и информация о флюенсе нейтронов будет полностью утрачена.

Задачей изобретения является разработка способа получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов, обладающего пиками термостимулированной люминесценции при температурах выше 500 °C, устойчивого к высоким флюенсам нейтронов и пригодного для эксплуатации в активной зоне ядерного реактора, для использования в целях дозиметрии нейтронов в радиационных полях с высокой температурой, а также пригодного для длительного хранения при высоких температурах как элемента базы дозиметрических данных.

Поставленная задача решается за счет того, что для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов из исходной шихты в виде смеси ингредиентов, содержащей фторид натрия, активированный ураном, в эту исходную шихту дополнительно вводят примеси

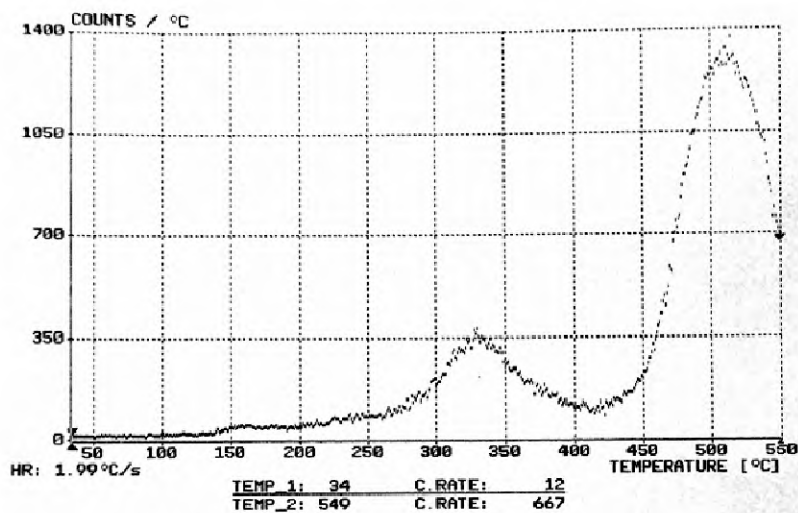
скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887–99,988,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,01–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,001–0,003.



Фиг. 1. Кривые термостимулированной люминесценции облученных в ядерном реакторе (нейтронами с флюенсом  $10^{18} \text{ см}^{-2}$ ) рабочих веществ NaF:0,01 U (мол. %)

Суть изобретения заключается в том, что для получения рабочего вещества для ТЛД нейтронов на основе фторида натрия, активированного ураном, готовят исходную шихту в виде смеси ингредиентов, в которую, кроме фторида натрия, активированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887–99,988,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,01–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,001–0,003, после чего смесь исходных ингредиентов расплавляют и из расплава выращивают рабочее вещество для ТЛД нейтронов в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Получаемые по предлагаемому способу рабочие вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в виде кристаллов (таблеток) чувствительны к быстрым нейтронам спектра деления (нейтронам активной зоны ядерного реактора), устойчивы к флюенсам нейтронов до  $10^{16}$ – $10^{18} \text{ см}^{-2}$ , запасают под действием нейтро-

нов светосумму, могут хранить ее в течение нескольких лет, а при нагревании высвечивают ее (светосумму) в виде термостимулированной люминесценции с основным рабочим высокотемпературным пиком ТСЛ при 520–525 °C, фиг. 2.



Фиг. 2. Кривые термостимулированной люминесценции облученного в ядерном реакторе (нейтронами с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$ ) предлагаемого рабочего вещества

*Пример 1.* Для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,988,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001,  $\text{ScF}_3$  0,01,  $\text{CuF}_2$  0,001, после этого смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) до флюенса  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После

хранения рабочего вещества в течение полутора лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с пиками ТСЛ при температурах 160 °С, 330 °С и 525 °С, фиг. 2. Основным рабочим пиком ТСЛ рабочего вещества для ТЛД нейтронов, полученного по предлагаемому способу, является высокотемпературный пик при 525 °С.

*Пример 2.* Для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активизированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01,  $\text{ScF}_3$  0,1,  $\text{CuF}_2$  0,003, после этого смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) с флюенсом  $2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение полутора лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с пиками ТСЛ при температурах 330 °С и 520 °С. Кривые ТСЛ аналогичны кривым, приведенным на фиг. 2. Основным рабочим пиком ТСЛ рабочего вещества для ТЛД нейтронов, полученного по предлагаемому способу, является высокотемпературный пик при 520 °С.

*Пример 3.* Для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активизированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,92,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,008,  $\text{ScF}_3$  0,071,  $\text{CuF}_2$  0,001, после этого смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ бы-

стрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) с флюенсом  $8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение полутора лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с более интенсивными, нежели в Примере 2, пиками ТСЛ при температурах 170 °С, 235 °С, 330 °С и 525 °С. Кривые ТСЛ по позициям полос ТСЛ аналогичны кривым, приведенным на фиг. 2. Основным рабочим пиком ТСЛ рабочего вещества для ТЛД нейтронов, полученного по предлагаемому способу, является высоко-температурный пик при 520 °С.

*Пример 4.* Для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активизированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,98,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,02, после этого смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение полутора лет при нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с пиками ТСЛ при температурах 200 °С, 240 °С и 360 °С. Высоко-температурный пик ТСЛ отсутствует. Кривые ТСЛ аналогичны кривым, приведенным на фиг. 1. Основным рабочим пиком ТСЛ такого рабочего вещества является низкотемпературный пик при 240 °С. Интенсивность термовысвечивания в области основного пика ТСЛ невысокая, она в 3–4 раза ниже, чем для рабочих веществ для ТЛД, получаемых по предлагаемому способу.

Дополнительным преимуществом рабочих веществ для ТЛД, получаемых по предлагаемому способу является возможность их применения для высокодозных измерений нейтронных, ионных и электронных пучков.



Получаемые по известному способу рабочие вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов, имеющие состав  $\text{NaF:U}$ ,  $\text{Sc}$ ,  $\text{Cu}$ , обладают высокотемпературным пиком ТСЛ при температуре 520–525 °С. Они устойчивы к флюенсам нейтронов до  $10^{16}$ – $10^{17}$  см<sup>-2</sup> и выше, имеют малый фединг и, соответственно, могут хранить и хранят дозиметрическую информацию в течение ряда лет (проверено для 2,5 лет). Предлагаемые рабочие вещества для ТЛД нейтронов пригодны для использования в дозиметрических целях в активной зоне ядерного реактора, пригодны для эксплуатации при высоких температурах в горячих камерах, хранилищах и складах отработанного ядерного топлива от атомных электростанций. Пригодны для работы в сверхглубоких скважинах при температурах до 300–400 °С.

#### **Формула изобретения**

*Способ получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов из исходной шихты в виде смеси ингредиентов, содержащей фторид натрия, активированный ураном, отличающийся тем, что в исходную шихту дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %:  $\text{NaF}$  99,887–99,988,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,01–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,001–0,003.*

## Патент 2370788 РФ НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СЦИНТИЛЛЯТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/20, 1/202, 3/06

Библиографическая ссылка Пат. 2370788 РФ. Неорганический сцинтиллятор /

*М. М. Кидибаев, К. Шаршеев, У. К. Мамытбеков, А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин.* Заявл. 02.06.2008; опубл. 20.10.2009. Бюл. № 29.

### Реферат

Применение: для создания сцинтилляционных датчиков.

Сущность: неорганический сцинтиллятор включает сульфаты калия, лития, меди и натрия при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  64,7–65,5,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  33,3–31,5,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  1–1,5,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1,0–1,5.

Технический результат: повышение световыхода при регистрации бета-излучения и электронных пучков сцинтилляционным методом.

### Описание изобретения

Изобретение относится к дозиметрической технике, связанной с регистрацией бета-излучения и электронных пучков, и пригодно для создания сцинтилляционных датчиков, используемых в комплексах и системах радиационного мониторинга подконтрольных объектов и территорий, зон радиационного загрязнения, а также для целей персональной дозиметрии в рамках сцинтилляционного метода.

Для регистрации бета-излучения и электронных пучков сцинтилляционным методом используют сцинтилляционные материалы с малым эффективным атомным номером  $Z_{\text{эф}}$ , которые обеспечивают низкое альbedo этих видов излучения, более высокую сцинтилляционную эффективность и повышенный световыход. Сцинтилляционные материалы с большим  $Z_{\text{эф}}$  неэффективны для регистрации бета-излучения и электронных пучков.

Известен неорганический сцинтиллятор на основе кристаллов  $\text{LiI:Eu}$  (Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 151 с.). Сцинтиллятор  $\text{LiI:Eu}$  пригоден для регистрации нейтронов и гамма-излучения. Однако известный неорганический сцинтиллятор с максимумом спектра свечения 480 нм име-

ет большой эффективный атомный номер  $Z_{эф} = 52$ , что приводит к высокому альбедо бета-излучения и электронных пучков и, соответственно, к снижению эффективности регистрации этих видов излучения.

Известен неорганический сцинтиллятор на основе кристаллов CsI:Тl (Акимов Ю. К. Сцинтилляционные методы регистрации частиц больших энергий / Ю. К. Акимов. М.: МГУ, 1963. 151 с.). Однако этот сцинтиллятор, предназначенный для регистрации гамма-излучения, обладающий свечением с максимумом при длине волны 565 нм, характеризующийся достаточной химической устойчивостью (негигроскопичен), имеет низкую эффективность регистрации бета-излучения и электронных пучков из-за большого  $Z_{эф} = 54$ . Кроме того, из-за большого  $Z_{эф}$  он не пригоден для индивидуальной дозиметрии.

Известно упоминание о применении кристаллов сложного сульфата калия и натрия  $\text{KNaSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  в качестве абсорбционного и ЭПР-детекторов рентгеновского излучения (Шаршеев К. Асимметрия окружения примесных ионов  $\text{Cu}^{2+}$  в кристаллах  $\text{KNaSO}_4$  / К. Шаршеев, Ч.Т. Ортобаева // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. научных трудов. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 1999. Вып. 1. С. 59–62.; Шаршеев К. Радиационные и примесные центры с переменной валентностью в кристаллах сложных сульфатов щелочных металлов / К. Шаршеев. Каракол-Екатеринбург: Иссык-Кульский государственный технический университет, ОАО «Полиграфист», 1999. 209 с.). Кристаллы  $\text{KNaSO}_4:\text{Cu}$  были выращены из насыщенного водного раствора при постоянной температуре 35 °С с добавлением нескольких капель серной кислоты для получения  $\text{pH} = 4\text{--}6$  при следующем соотношении ингредиентов для 100 г растворителя: 66,7 г  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и 33,3 г  $\text{K}_2\text{SO}_4$ . Примесь меди входила в известный состав в виде дополнительного ингредиента  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в количестве (15 г/л), т. е. в количестве 1,5 г на 100 г растворителя. Кристаллы сложного сульфата калия-натрия, активированного ионами меди, применялись в качестве абсорбционного дозиметра рентгеновского излучения. ЭПР- и абсорбционно-чувствительными центрами в этом сложном сульфате были ионы  $\text{Cu}^{2+}$ . Однако сцинтилляционные свойства кристаллов  $\text{KNaSO}_4:\text{Cu}$ , обеспечивающие регистрацию излучения в режиме реального времени, остались для авторов

вышеуказанных работ неизвестными. В известных работах эти свойства не описаны и не упомянуты.

Наиболее близким к заявляемому является неорганический сцинтиллятор  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  (Пат. 2148837 РФ, МПК G01T 1/20, 1/202, 3/06 / *Б. В. Шульгин, Д. В. Райков, М. М. Кидибаев, К. Шаршеев, М. К. Сатыбалдиева*. Заявл. 19.04.1999; опубл. 10.05.2000. Бюл. № 13). Кристаллы неорганического сцинтиллятора  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  обладают синим свечением. Максимум спектра сцинтилляционной вспышки расположен при 435–445 нм, полуширина полосы люминесценции 75 нм. Длительность сцинтилляционной вспышки при  $\alpha$ -возбуждении 90 нс. Известный неорганический сцинтиллятор  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  предназначен для регистрации нейтронов и  $\alpha$ -частиц. Возможность регистрации бета-излучения и электронных пучков сцинтилляционным методом с помощью известного состава  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  в патенте РФ № 2148837 не описана.

Задачей изобретения является разработка неорганического сцинтиллятора для регистрации бета-излучения и электронных пучков на основе сложных сульфатов щелочных элементов, обладающего повышенным световыходом сцинтилляций. Поставленная задача решается благодаря тому, что неорганический сцинтиллятор для регистрации бета-излучения и электронных пучков, включающий сульфаты калия, лития и сульфат меди, дополнительно содержит сульфат натрия при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  64,7–65,5,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  33,3–31,5,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  1–1,5,  $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1,0–1,5.

Сущность изобретения заключается в том, что в предлагаемом неорганическом сцинтилляторе (по сравнению с известным неорганическим сцинтиллятором) изменен состав сложного сульфата щелочных металлов: в качестве ингредиентов используют не только сульфаты калия, лития и меди, в него дополнительно введен сульфат натрия. Ионы меди в виде ионов  $\text{Cu}^+$  в предлагаемом составе играют роль активаторных центров свечения. При соотношении ингредиентов, мас. %:  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  64,7–65,5,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  33,3–31,5,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  1–1,5,  $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1,0–1,5, предлагаемый неорганический сцинтиллятор обладает максимальным световыходом сцинтилляций, превышающим световыход известного неорганического сцинтиллятора  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  в несколько раз.

*Пример 1. Неорганический сцинтиллятор.*

Неорганический сцинтиллятор на основе сложных сульфатов щелочных металлов и сульфата меди, имеющий состав, мас. %:  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  – 65,5,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  – 31,5,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  – 1,5,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1,5, получают путем растворения этих исходных ингредиентов в воде в соотношении 1:1. При этом образуется насыщенный водный раствор сульфатов, который нагревают до 38 °С. Синтез кристаллов ведут при этой температуре методом изотермического испарения. Для обеспечения начального зародышеобразования и стимулирования роста кристаллов сложного сульфата в раствор вводят 5–7 капель серной кислоты (для получения  $\text{pH} = 4\text{--}6$ ). Полученные кристаллы предлагаемого неорганического сцинтиллятора размерами 6–8 мм имели форму бипирамид.

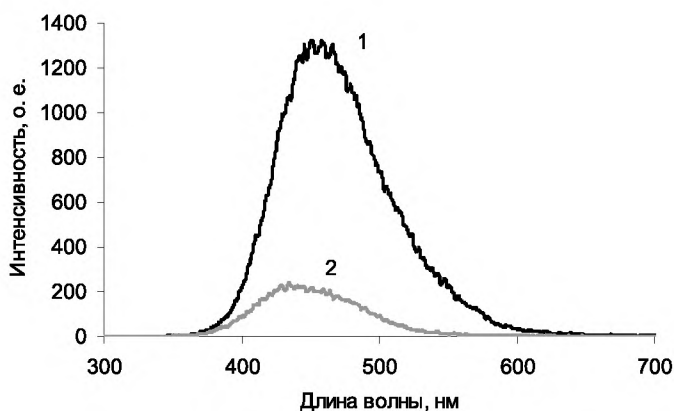
Световыход сцинтилляций для предлагаемого неорганического сцинтиллятора на основе сложных сульфатов измеряли при комнатной температуре с использованием установки КЛАВИ-Р (разработка Института электрофизики УрО РАН), генерирующей импульсные электронные пучки с энергией 150 кэВ, длительностью 2 нс и током в пучке 1000 А. Одновременно для сравнения были проведены аналогичные измерения для кристаллов известного неорганического сцинтиллятора  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  (известного по патенту РФ № 2148837). Результаты измерения приведены на фиг. 1. Спектр свечения предлагаемого неорганического сцинтиллятора имеет максимум при 440–450 нм, полуширина спектра  $\sim 80$  нм. Быстрая по длительности компонента сцинтимпульса предложенного сцинтиллятора имела малую амплитуду и практически не регистрировалась, длительность медленной компоненты сцинтимпульса составляла порядка 30 мкс.

Световыход сцинтилляций для предлагаемого неорганического сцинтиллятора ( $\text{Na-K-Li}$ -сульфата, активированного медью), фиг. 1, кривая 1, в 4 раза выше, чем таковой для известного состава  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$ , фиг. 1, кривая 2.

*Пример 2. Неорганический сцинтиллятор*

Неорганический сцинтиллятор на основе сложных сульфатов щелочных металлов и сульфата меди, имеющий состав, мас. %:  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  – 64,7,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  – 33,3,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  – 1,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1, получают путем растворения этих исходных ингредиентов в воде в соотношении 1:1. При этом образует-

ся насыщенный водный раствор сульфатов, который нагревают до 38 °С. Синтез кристаллов ведут при этой температуре методом изотермического испарения свежеприготовленного насыщенного раствора. Для обеспечения начального зародышеобразования и стимулирования роста кристаллов сложного сульфата в раствор вводят 5–6 капель серной кислоты (для получения  $\text{pH} = 4\text{--}6$ ). Полученные кристаллы неорганического сцинтиллятора размерами 6–8 мм имели, как и в Примере 1, форму бипирамид.



Фиг. 1. Спектры импульсной катодолуминесценции предлагаемого неорганического сцинтиллятора (1) и сцинтиллятора на базе кристалла  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  (2)

Световой выход сцинтилляций для предлагаемого неорганического сцинтиллятора на основе сложных сульфатов измеряли при комнатной температуре с использованием установки КЛАВИ-Р (разработка Института электрофизики УрО РАН), генерирующей импульсные электронные пучки с энергией 150 кэВ, длительностью 2 нс и током в пучке 1000 А. Одновременно для сравнения были проведены аналогичные измерения для кристаллов неорганического сцинтиллятора  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  (известного по патенту РФ № 2148837). Результаты этих сравнительных измерений очень похожи на результаты, полученные в примере 1 и приведенные на фиг. 1. Спектр свечения предлагаемого неорганического сцинтиллятора имеет максимум

при 440–445 нм, полуширина спектра  $\sim 85$  нм. Быстрая по длительности компонента сцинтимпульса предложенного сцинтиллятора имела малую амплитуду и практически не регистрировалась, длительность медленной компоненты сцинтимпульса составляла порядка 30 мкс. Световыход сцинтилляций для предлагаемого неорганического сцинтиллятора (Na–K–Li-сульфата, активированного медью), в 3–4 раза выше, чем таковой для известного состава  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$ .

### *Пример 3. Неорганический сцинтиллятор*

Неорганический сцинтиллятор на основе сложных сульфатов щелочных металлов и сульфата меди, имеющий состав, мас. %:  $\text{Na}_2\text{SO}_4 - 65$ ,  $\text{K}_2\text{SO}_4 - 32$ ,  $\text{Li}_2\text{SO}_4 - 1,5$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} 1,5$ , получают путем растворения этих исходных ингредиентов в воде в соотношении 1:1. При этом образуется насыщенный водный раствор сульфатов, который нагревают до  $38^\circ\text{C}$ . Синтез кристаллов сложных сульфатов ведут при этой температуре методом изотермического испарения свежеприготовленного насыщенного раствора. Для обеспечения начального зародышеобразования и стимулирования роста кристаллов сложного сульфата в раствор вводят 5–7 капель серной кислоты (для получения  $\text{pH} = 4\text{--}6$ ). Полученные кристаллы неорганического сцинтиллятора размерами 6–7 мм имели, как и в случае примера 1, форму бипирамид.

Световыход сцинтилляций для предлагаемого неорганического сцинтиллятора на основе сложных сульфатов измеряли с использованием установки КЛАВИ-Р (разработка Института электрофизики УрО РАН), генерирующей импульсные электронные пучки с энергией 150 кэВ, длительностью 2 нс и током в пучке 1000 А. Одновременно для сравнения были проведены аналогичные измерения для кристаллов неорганического сцинтиллятора  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$  (известного по патенту РФ № 2148837). Результаты измерения очень похожи на результаты, полученные в примере 1 и приведенные на фиг. 1. Спектр свечения предлагаемого неорганического сцинтиллятора имеет максимум при 440–445 нм, полуширина спектра  $\sim 85$  нм. Световыход сцинтилляций для предлагаемого неорганического сцинтиллятора (Na–K–Li-сульфата, активированного медью) выше названного состава в 3 раза выше, чем таковой для известного состава  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$ . Быстрая

по длительности компонента практически не регистрировалась, длительность медленной компоненты сцинтимпульса составляла 29 мкс.

#### *Пример 4. Неорганический сцинтиллятор*

Неорганический сцинтиллятор на основе сложных сульфатов щелочных металлов и сульфата меди, имеющий состав, мас. %:  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  – 64,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  – 28,5,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  – 1,5,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  6, получают путем растворения этих исходных ингредиентов в воде в соотношении 1:1. При этом образуется насыщенный водный раствор сульфатов, который нагревают до 35–38 °С. Синтез кристаллов сложных сульфатов ведут при этой температуре методом изотермического испарения свежеприготовленного насыщенного раствора. Для обеспечения начального зародышеобразования и стимулирования роста кристаллов сложного сульфата в раствор вводят 5–7 капель серной кислоты (для получения  $\text{pH} = 4\text{--}6$ ). Полученные кристаллы неорганического сцинтиллятора размерами 3–5 мм имели форму бипирамид.

Световой выход сцинтилляций для предлагаемого неорганического сцинтиллятора на основе сложных сульфатов измеряли так же, как и в примерах 1–3. Результаты измерения отличаются от результатов, полученных в примерах 1–3 и приведенных ранее на фиг. 1 для Примера 1. Спектр свечения неорганического сцинтиллятора с повышенным сверхстехиометрическим содержанием меди имеет максимум при 430–450 нм, полуширина спектра ~ 100 нм. Световой выход сцинтилляций для этого неорганического сцинтиллятора оказался в 1,5–2 раза ниже, чем таковой для известного состава  $\text{LiKSO}_4\text{:Cu}$ .

Содержание активирующего ингредиента  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , равное 1,0–1,5 мас. % (используемое в Примерах 1–3), соответствует его оптимальной концентрации, определяемой изоморфной емкостью сульфатов щелочных металлов. При большей концентрации ионов меди они не могут равномерно распределяться по узлам кристаллической решетки и вместо растворов замещения, образуют различные агрегатные скопления примеси в местах внедрения. Повышенные концентрации активирующей примеси меди в местах ее агрегатных скоплений приводят к концентрационному тушению люминесценции, что существенно снижает световой выход сцинтилляций, как было зарегистрировано в примере 4.



Дополнительными преимуществами предлагаемого неорганического сцинтиллятора являются его повышенная универсальность и избирательность регистрации корпускулярного излучения. Он чувствителен не только к бета-излучению и электронным пучкам, но также к альфа-излучению и тепловым нейтронами. В соответствии с ядерной реакцией  ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$  тепловые нейтроны поглощаются ядрами изотопа  ${}^6\text{Li}$  (до 7 % в естественной смеси изотопов) с последующим альфа-распадом и образованием ядер трития. Благодаря образующимся альфа-частицам тепловые нейтроны будут зарегистрированы неорганическим сцинтиллятором предлагаемого состава.

Имея невысокий эффективный атомный номер ( $Z_{\text{эф}} < 15$ ) и, соответственно, пониженный коэффициент поглощения гамма-излучения, составы неорганического сцинтиллятора на основе Na-K-Li-сульфата, активированные ионами меди, будучи изготовленными в виде кристаллических тонких пластин или пленок, обеспечивают избирательную регистрацию таких видов корпускулярного излучения, как бета-излучение, электронные пучки, а также альфа-излучение на фоне электромагнитного гамма-излучения.

### Формула изобретения

*Неорганический сцинтиллятор для регистрации бета-излучения и электронных пучков, включающий сульфаты калия, лития и сульфат меди, отличающийся тем, что он дополнительно содержит сульфат натрия при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:*  
 $\text{Na}_2\text{SO}_4$  64,7–65,5 ,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  33,3–31,5 ,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  1–1,5 ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1,0–1,5.

**Патент 2427857 РФ**  
**СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОФИЛЯ**  
**ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ ЭЛЕКТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

Код(ы) МПК

G01T 1/20

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2427857 РФ. Способ определения профиля поглощенной дозы электронного излучения / Ф. Г. Нешов, И. О. Ананьев, Ю. Ю. Упорова, А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, М. М. Кидибаяев. Заявл. 20.04.2009, опубл. 27.08.2011. Бюл. № 24.

**Реферат**

Изобретение относится к дозиметрической технике. Для определения профиля распределения поглощенной дозы электронного излучения с энергией до 10 МэВ в абсолютных единицах поглощенной дозы в материале образца с малым эффективным атомным номером ( $Z_{\text{эф}} \leq 11$ ) проводят облучение материала вместе с используемым в качестве детектора сопровождения государственным стандартным образцом поглощенной дозы в виде полимерной пленки из сополимера с феназиновым покрытием, а также стандартную процедуру определения поглощенной дозы путем сравнительных измерений оптической плотности облученной полимерной пленки и необлученного образца полимерной пленки, выбираемого в качестве опорного, при этом образец исследуемого материала формируют в виде двух блоков, каждый из которых имеет форму параллелепипеда или цилиндра, с общей плоскостью соприкосновения; при этом государственный стандартный образец поглощенной дозы в виде полимерной пленки устанавливают между блоками исследуемого материала, после чего полученную конструкцию облучают электронным пучком диаметром 10–15 мм вдоль плоскости соприкосновения блоков исследуемого материала и вдоль полимерной пленки детектора сопровождения, после чего используют стандартную процедуру определения поглощенной дозы. Технический результат – увеличение экспрессности, сохранение целостности образцов, автоматическое исключение внутренних альбедных эффектов, снижение погрешности измерений

### Описание изобретения

Изобретение относится к дозиметрической технике, связанной с измерениями профиля поглощенной дозы, создаваемой пучками электронного излучения с энергией до 10 МэВ, по глубине облучаемого электронами материала с малым эффективным атомным номером  $Z_{\text{эф}}$ , близким к  $Z_{\text{эф}}$  биологической ткани ( $Z_{\text{эф}}^{\text{б.т.}} = 7,42$ ), особо для иммитаторов биологической ткани (вода, оргстекло, пластики), оно пригодно для реализации технологий радиационной модификации материалов, для дозконтроля процедур радиационной стерилизации функциональных и медицинских материалов, особо при разработке и осуществлении процедур воздействия электронных пучков на опорной глубине на биологические ткани в онкологической практике, в случаях, когда требуется определение профиля распределения поглощенной дозы и дозозатрат по глубине материала в абсолютных единицах поглощенной дозы, т. е. в греях.

Известен способ определения профиля распределения дозы от осколков деления атомов урана, возникающих при облучении оксида урана нейтронами, в экранах из легких материалов (*Г. Т. Сиборг, Э. Г. Вэлес. Элементы вселенной. М. : Физматлит. 1962, С. 136-137*). В известном способе облучаемый нейтронами под прямым углом экран изготавливают в виде набора тонких листочков папиросной бумаги. Возникающие в результате облучения оксида урана нейтронами радиоактивные осколки деления атомов урана проникают в экран из листочков папиросной бумаги на разную глубину. Путем измерения радиоактивности каждого отдельного листочка с помощью счетчика Гейгера определяют профиль распределения осколков деления урана и, соответственно, профиль распределения поглощенной дозы в материале экрана от радиоактивных осколков деления атомов урана. Однако этот способ, использующий счетчик Гейгера, непригоден для определения профиля поглощенной дозы, создаваемой в облучаемых пучками электронного излучения с энергией до 10 МэВ материалах с малым эффективным атомным номером ( $Z_{\text{эф}} = 3 - 10$ ), поскольку такая энергия недостаточна для наведения активности в легких материалах.

Проблема определения профиля распределения поглощенной дозы электронного излучения в абсолютных единицах, греях, наиболее актуальна для материалов с малым эффективным атомным номером, близким к

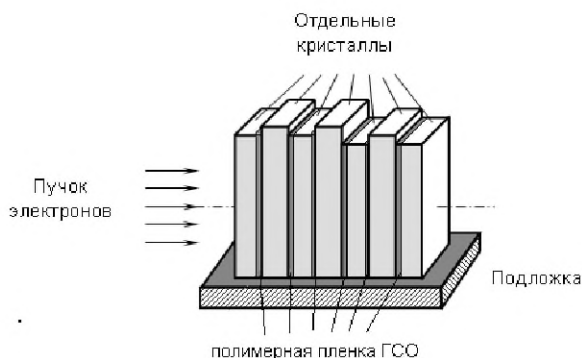
$Z_{эф}$  биологической или костной ( $Z_{эф} \sim 10-11$ ) тканей, или в их имитаторах, на которых отрабатываются модели и режимы радиационного воздействия на опухоли, поскольку определение опорной глубины облучения в онкологической практике однозначно связано с определением положения максимума поглощенной дозы в материале. Обычно такое определение профиля распределения поглощенной дозы в материале проводят с использованием детектора сопровождения – государственного стандартного образца поглощенной дозы фотонного и электронного излучений, в виде полимерной пленки.

Известен способ определения профиля распределения поглощенной дозы от электронного излучения с энергией до 10 МэВ в абсолютных единицах в кристаллах LiF:Sc (*T. S. Koroleva, M. M. Kidibaev, A. N. Tcherepanov, E. Yu. Zhuravleva, B. V. Shulgin*. Conference program and book of abstracts 10<sup>th</sup> Europhysical Conference of Defects In Insulating Materials, Milano, University of Milano-Bicocca, P.345, abstract № PTh82). В известном способе профиль распределения поглощенной дозы в облучаемых образцах LiF:Sc определен с использованием в качестве детектора сопровождения государственных стандартных образцов (ГСО) в виде полимерной пленки марки СО PD(F)R (в русской транскрипции СО ПД (Ф)Р) на базе сополимера с феназиновым красителем. При этом кристаллы LiF:Sc раскалывались на тонкие пластинки, которые собирались в плотный пакет вместе с детекторами сопровождения в виде полимерных пленок, размещенных между пластинками из кристаллов LiF:Sc. Полученную конструкцию устанавливали перпендикулярно к падающему пучку электронов. После облучения электронами испытуемого материала в виде вышеназванной конструкции из нее извлекали государственные стандартные образцы (полимерные пленки) и проводили стандартную процедуру определения поглощенной дозы путем измерения оптической плотности облученной полимерной пленки (Инструкция по применению «Государственного стандартного образца поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) СО ПД (Ф) Р-5/50 или СО ПД (Ф) Р-5/150»). Однако известный способ не является экспрессным и экономичным, поскольку при использовании, например, 7–10 тонких пластинок из LiF:Sc, необходимых для обеспечения пространственного разре-

нения при определении профиля поглощенной дозы, требуется шесть-девять ГСО в виде полимерных пленок, для каждой из которых после облучения требуется в соответствии со стандартной процедурой проведение измерения оптической плотности на спектрофотометре на длине волны 512 нм относительно опорного образца ГСО, что приводит к существенным временным затратам. Недостатком известного способа является также то обстоятельство, что для определения профиля распределения поглощенной дозы в кристалле LiF:Sc требуется нарушить его целостность, а именно расколоть его на несколько (5–10 и более) пластинок, чтобы между ними расположить целый набор полимерных пленок ГСО на базе сополимера с феназиновым красителем. Недостатком известного способа является также увеличение погрешности измерений поглощенной дозы электронного излучения в связи с альбедными процессами рассеяния электронов на стыках отдельных кристаллических пластинок LiF:Sc.

Наиболее близким к заявляемому является способ, описанный в работе (Ананьев И. О., Упорова Ю. Ю., Нешов Ф. Г., Черепанов А. Н., Шульгин Б. В., Кидибаев М. М. // Определение профиля поглощенной дозы электронного излучения // Межвуз. сб. научных трудов «Проблемы спектроскопии и спектрометрии». Екатеринбург. УГТУ–УПИ. 2008, Вып. 25. С. 191–200). В рамках известного способа определен профиль распределения поглощенной дозы от пучков электронного излучения с энергией до 10 МэВ в оргстекле (полиметилметакрилате) и в кристаллах фторида натрия NaF, т. е. в материалах с малым эффективным атомным номером  $Z_{эф} \leq 10,5$ . В рамках известного способа исследуемые материалы, для которых проводилось определение профиля распределения поглощенной дозы электронного излучения (использовали ускоритель микротрон, энергия электронов 10 МэВ), применялись в виде набора до 10 и более тонких пластин толщиной 1–5 мм. В случае оргстекла использовали листовой материал толщиной 5 мм. Кристаллы NaF при измерениях приходилось раскалывать на более тонкие пластинки толщиной 1–3 мм. Общая толщина набора пластин доходила до 40–80 мм и более (для оргстекла). За каждой пластиной исследуемого материала располагали используемый в качестве детектора сопровождения государственный стандартный образец поглощенной дозы фотонного и электронного излучения в виде полимерных пленок сополимера с фе-

назиновым покрытием типа СО ПД(Ф)–5/150 ГСО толщиной 56 мкм. Набор пластин из исследуемого материала вместе с полимерными пленками ГСО устанавливали перпендикулярно к падающему электронному пучку (фиг. 1). Облучение проводили электронным пучком с энергией  $E = 10$  МэВ, в течение 7–14 мин, при условиях: температура образцов при облучении не превышала 35°C, влажность до 80 % и атмосферное давление от 630 до 800 мм рт. ст. Такие условия обеспечивают метрологические характеристики полимерных пленок. После облучения для каждой из облученных полимерных пленок ГСО в соответствии со стандартной процедурой определяли оптическую плотность на длине волны 512 нм в сравнении с таковой для необлученного образца, по которой с помощью градуировочных характеристик, рассчитанных на диапазон 5–150 кГр, определяли поглощенную дозу в абсолютных единицах и ее профиль по глубине исследуемых материалов в строгом соответствии с Инструкцией и паспортом на применяемые ГСО.



Фиг. 1. Облучаемый образец

Недостатками известного способа являются его дороговизна, связанная с необходимостью применения детекторов сопровождения в виде полимерных пленок (5–10 штук и более), его невысокая экспрессность, связанная с необходимостью установки, а затем извлечения всех используемых полимерных пленок из облученного набора (5–10 штук и более) с по-

следующим измерением оптической плотности каждой из облученных полимерных пленок, что требует дополнительного времени на их установку в спектрофотометре. Главным недостатком известного способа является необходимость раскалывать или разрезать исследуемые образцы материалов на тонкие пластинки, что нарушает их целостность и требует дополнительного времени на раскалывание, то есть снижает экспрессность. Кроме того, применение анализируемого материала в виде тонких пластинок увеличивает погрешность измерений из-за возникающих при этом альбедных процессов рассеяния электронов на всех стыках отдельных пластинок, что искажает кривую распределения профиля поглощенной дозы в материале.

Задачей изобретения является разработка более дешевого и более экспрессного способа определения профиля поглощенной дозы, создаваемой пучком электронного излучения в материалах, не требующего нарушения их целостности, а также снижение погрешности измерения.

Поставленная задача решается за счет упрощения процедур подготовки анализируемого материала к определению профиля распределения в нем поглощенной дозы электронного излучения, за счет снижения числа используемых детекторов сопровождения в виде полимерных пленок ГСО, за счет изменения геометрии облучения, а также за счет исключения альбедных компонент рассеяния первичного электронного пучка на внутренних границах раздела из-за ликвидации (отсутствия) таких границ.

Сущность изобретения заключается в том, что для определения профиля распределения поглощенной дозы электронного излучения с энергией до 10 МэВ в абсолютных единицах поглощенной дозы в материале образца с малым эффективным атомным номером ( $Z_{эф} \leq 11$ ) проводят облучение материала вместе с используемым в качестве детектора сопровождения государственным стандартным образцом поглощенной дозы в виде полимерной пленки из сополимера с феназиновым покрытием, а также стандартную процедуру определения поглощенной дозы путем сравнительных измерений оптической плотности облученной полимерной пленки и необлученного образца полимерной пленки, выбираемого в качестве опорного, при этом образец исследуемого материала формируют в виде двух блоков, каждый из которых имеет форму параллелепипеда или цилиндра, с общей плоскостью соприкосновения; при этом государственный стандартный об-

разец поглощенной дозы в виде полимерной пленки устанавливают между блоками исследуемого материала, после чего полученную конструкцию облучают электронным пучком диаметром  $10^{-15}$  мм вдоль плоскости соприкосновения блоков исследуемого материала и вдоль полимерной пленки детектора сопровождения, затем используют стандартную процедуру определения поглощенной дозы, при выполнении которой измерения оптической плотности государственного стандартного образца поглощенной дозы в виде полимерной пленки проводят вдоль ее длины с шагом 1–3 мм, необходимым для обеспечения требуемого пространственного разрешения профиля поглощенной дозы по глубине исследуемого материала, при этом высоту и ширину образца исследуемого материала, приготовленного в виде параллелепипеда, или диаметр образца исследуемого материала, приготовленного в виде цилиндра, выбирают такими, чтобы они в 2–3 раза превышали диаметр электронного пучка.

Преимуществом предлагаемого способа является упрощенная процедура подготовки к облучению: вместо 5–10 образцов (пластинок) анализируемого материала и почти такого же количества детекторов сопровождения, которые ранее надо было собрать в сборку, а после облучения разобрать, в предлагаемом способе используют сборку из двух блоков (в форме параллелепипедов или цилиндров). Это существенно удешевляет способ, увеличивает его экспрессность и сохраняет целостность образцов. В предлагаемом способе автоматически исключаются внутренние альбедные эффекты, поскольку набор пластинок, 5–10 штук, отсутствует, что снижает погрешность измерения. Стандартная процедура анализа (определения) оптической плотности детектора сопровождения на основе полимерной пленки ГСО может быть механизирована и автоматизирована, что делает предлагаемый способ еще более перспективным.

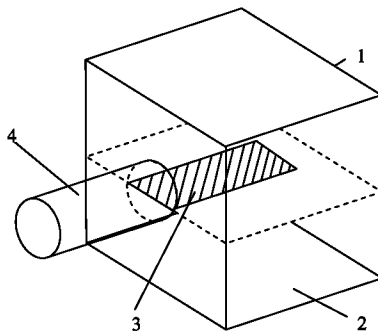
Качественно в облученных прозрачных образцах величина опорной глубины (позиция максимума поглощенной дозы в материале) может быть определена оптическим методом с помощью лазерной подсветки тонким лучом. На опорной глубине образуется максимальное количество дефектов, на которых сильнее рассеивается лазерный луч.

Способ иллюстрируется следующими примерами.



*Пример 1.* Способ определения профиля распределения поглощенной дозы, создаваемой пучком направленного электронного излучения с энергией 10 МэВ в оргстекле. Для измерения поглощенной дозы в абсолютных единицах (греях) использовали государственные стандартные образцы (ГСО) поглощенной дозы фотонного и электронного излучений на основе пленок поликарбоната с феназиновым красителем типа СО ПД(Ф)–5/150 ГСО или СО ПД(Ф)–5/50.

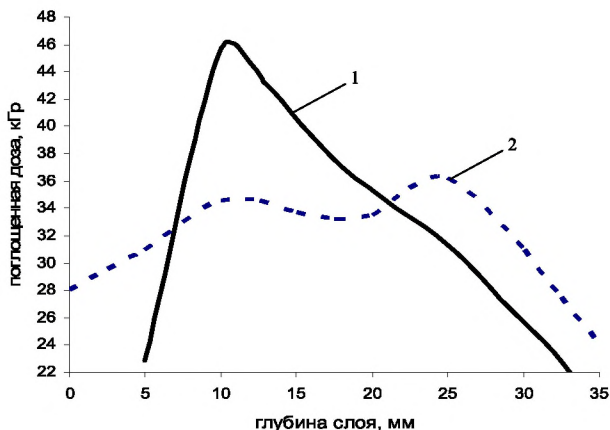
Два блока из оргстекла в виде параллелепипедов размерами  $40 \times 80 \times 110$  мм, прижатые друг к другу большими гранями,  $80 \times 110$  мм, и скрепленные липкой лентой, образовывали вместе с установленной между большими гранями этих блоков полимерной пленкой ГСО размерами  $12 \times 35$  мм конструкцию из анализируемого материала. Облучение сборки из оргстекла с детектором сопровождения в виде пленки ГСО проводили на микротроне УГТУ–УПИ при следующих условиях: энергия пучка электронов 10 МэВ, время облучения 7,5–8 минут при температуре образцов до  $35^\circ\text{C}$  (образцы нагревались до такой температуры при облучении) и влажности воздуха 80 % и давлении 730 мм рт. ст. Схема эксперимента по облучению показана на фиг. 2. Как видно из фиг. 2, облучение электронным пучком проводят вдоль полимерной пленки.



Фиг. 2. Схема эксперимента по облучению

Оптическую плотность облученного образца ГСО в виде полимерной пленки, вынутой из сборки после облучения, измеряли в соответствии с

паспортом на ГСО (паспорт на ГСО ПД (Ф)-5/150 ГСО 4447-88) через 30 минут после облучения (в соответствии с регламентом регистрацию оптической плотности следует проводить через 30 минут, но не позднее 5 суток после облучения). Измерения оптической плотности облученных образцов ГСО проводили в сравнении с опорными образцами ГСО. Опорные образцы (2–4 штуки) были выбраны из большой партии ГСО (не менее 30 штук), значение первичной оптической плотности которых близко к среднему. Оптическую плотность облученных и опорных образцов измеряли на спектрофотометре «Гелиос-Альфа» на длине волны 512 нм строго в соответствии с инструкцией по применению ГСО (Инструкция по применению «Государственного стандартного образца поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем СО ПД(Ф)Р-5/150 или СО ПД(Ф)Р-5/50)», приложение (обязательное) к паспорту на СО ПД(Ф)Р-5/150). Измерение проводили вдоль полимерной пленки от ее начала до конца с шагом 3 мм. Выбор шага измерения 1 мм для оргстекла допустим, а выбор меньшего шага, чем 1 мм, ведет к снижению экспрессности измерений. В процессе обработки результатов вычисляли отношение средней оптической плотности  $A$  к средней толщине пленок  $\delta = 0,056$  мм в каждой точке измерения и определяли поглощенную дозу  $D$  по градуировочным кривым, приведенным в инструкции для конкретного вида ГСО. Зависимость абсолютной величины поглощенной дозы электронного излучения от глубины материала-поглотителя (оргстекла), иначе говоря, профиль распределения поглощенной дозы в оргстекле показан на фиг. 3, кривая 1.



Фиг. 3. Профиль распределения поглощенной дозы в оргстекле: сплошной блок — кривая 1; набор тонких пластинок — кривая 2

Максимальное значение поглощенной дозы (погрешность  $\pm 15\%$ ) порядка 40–45 кГр наблюдается на глубине 10–15 мм. Явного провала в зависимости  $D(L)$ , где  $L$  — глубина, в случае использования объемных блоков оргстекла не наблюдается. При использовании отдельных тонких пластинок из оргстекла такой провал наблюдался для глубины  $\sim 20$  мм (фиг. 3, кривая 2) из-за альбедных процессов на стыках отдельных пластинок (Ананьев И. О., Упорова Ю. Ю., Нешов Ф. Г., Черепанов А. Н., Шульгин Б. В., Кидибаев М. М. Определение профиля поглощенной дозы электронного излучения // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: Межвуз. сб. научных трудов. Екатеринбург : УГТУ–УПИ. 2008, Вып. 25. С. 191–200). Применение пучка электронов диаметром 6 мм ведет к увеличению погрешности измерений из-за того, что диаметр пучка меньше ширины полимерной пленки. Увеличение диаметра пучка электронов до 30 мм также увеличивает погрешность измерений, поскольку часть рассеянных в образце электронов выходит за пределы образца через верхнюю и боковую поверхности.

*Пример 2.* Способ определения профиля распределения поглощенной дозы, создаваемой пучком направленного электронного излучения с

энергией 10 МэВ в кристаллах NaF:U. Кристаллы NaF имеют эффективный атомный номер  $\sim 10,5$ , близкий к  $Z_{\text{эф}}$  костной ткани, и могут служить имитатором костной ткани. Для измерения профиля распределения поглощенной дозы в абсолютных единицах (греях) в кристаллах NaF использовали государственные стандартные образцы (ГСО) поглощенной дозы фотонного и электронного излучений на основе полимерных пленок поликарбоната с феназиновым красителем типа СО ПД(Ф)–5/150 ГСО 4447–88.

Два цилиндрических блока в виде цилиндрических булей кристаллов NaF:U диаметром 60 мм, высотой 40 мм, выращенные в Институте физики НАН Кыргызстана методом Киропулоса в платиновом тигле на воздухе, с плоскими сколами, образующими основания цилиндра, плотно соединялись основаниями друг с другом и скреплялись липкой лентой. Между цилиндрами устанавливался детектор сопровождения в виде полимерной пленки ГСО шириной 10 мм, длиной 30 мм.

Облучение кристаллов NaF:U с детектором сопровождения в виде пленки ГСО проводили на микротроне УГТУ–УПИ при следующих условиях: энергия пучка электронов 10 МэВ, время облучения 15 минут при температуре образцов до 35°C (образцы нагревались до такой температуры при облучении), влажности воздуха 80 % и атмосферном давлении 730 мм рт. ст. При этих условиях метрологические характеристики полимерных пленок сохраняются.

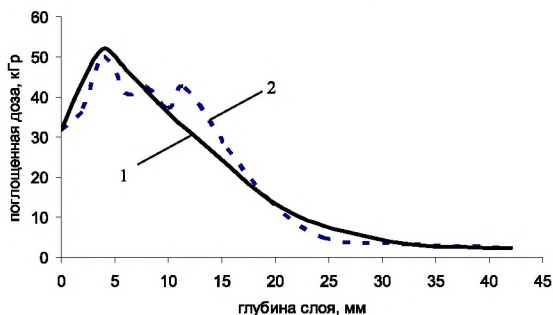
Оптическую плотность детектора сопровождения облученного образца полимерной пленки ГСО измеряли так же, как и в примере 1. По той же процедуре, как и в Примере 1, определяли поглощенную дозу D и профиль ее распределения по глубине кристалла NaF:U. Требуемое пространственное разрешение и, соответственно, требуемый шаг измерения оптической плотности полимерной пленки ГСО подбирали экспериментально с учетом глубины расположения в материале максимума поглощенной дозы. Шаг измерения для кристаллов NaF был выбран  $\sim 1$  мм.

Позицию максимума поглощенной дозы в материале можно предварительно оценить путем расчета энергии электронов, теряемой в элементе кристалла толщиной  $\Delta x$ , находящимся на расстоянии  $x$  от облучаемой поверхности (Ананьев И. О., Упорова Ю. Ю., Нешов Ф. Г. и др. Определение профиля поглощенной дозы электронного излучения // Проблемы спектро-

скопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. Трудов. Екатеринбург : УГТУ-УПИ 2008, Вып. 25. С. 191–200). Согласно расчетам для кристаллов NaF максимальное дефектообразование, вызываемое электронами с энергиями 10 МэВ, происходит на глубине  $\sim 4$  мм. Допустим, шаг до 3 мм, больший шаг недопустим. Таким образом, выбранный для измерения шаг ( $\sim 1$  мм) является подходящим.

Профиль распределения поглощенной дозы в кристаллах NaF показан на фиг. 4, кривая 1. Максимальное значение поглощенной дозы  $\sim 52$  кГр зафиксировано для глубины около 4 мм. Других явно выраженных пиков, кроме основного, на кривой распределения поглощенной дозы в кристаллах NaF не наблюдается вплоть до глубины 25 мм из-за отсутствия альбедных эффектов рассеяния электронов. В случае кривой распределения поглощенной дозы, полученной для отдельных тонких кристаллов NaF, такие эффекты наблюдались (фиг. 4, кривая 2). Предлагаемый способ обеспечивает меньшую погрешность измерения профиля распределения поглощенной дозы.

Уменьшение диаметра пучка электронов до 6–8 мм ведет к увеличению погрешности измерения из-за того, что он меньше ширины полимерной пленки ГСО, применяемой в качестве детектора сопровождения. Увеличение диаметра пучка электронов также ведет к увеличению погрешности из-за того, что часть вторично рассеянных в материале образца электронов покидает образец через внешнюю поверхность и не оказывает влияния на полимерную пленку детектора сопровождения.



Фиг. 4. Профиль распределения поглощенной дозы в NaF: сплошной кристалл — кривая 1; набор тонких пластинок — кривая 2

### Формула изобретения

1. *Способ определения профиля распределения поглощенной дозы электронного излучения с энергией до 10 МэВ в абсолютных единицах поглощенной дозы в материале образца с малым эффективным атомным номером ( $Z_{эф} \leq 11$ ), включающий облучение материала вместе с используемым в качестве детектора сопровождения государственным стандартным образцом поглощенной дозы в виде полимерной пленки, а также стандартную процедуру определения поглощенной дозы путем сравнительных измерений оптической плотности облученной полимерной пленки и необлученного образца полимерной пленки, выбираемого в качестве опорного, отличающийся тем, что образец формируют в виде двух блоков из исследуемого материала, каждый из которых имеет форму параллелепипеда или цилиндра, с общей плоскостью соприкосновения; при этом государственный стандартный образец поглощенной дозы в виде полимерной пленки устанавливают и монтируют между блоками исследуемого материала, после чего полученную конструкцию облучают электронным пучком диаметром 10–15 мм вдоль плоскости соприкосновения блоков исследуемого материала и вдоль полимерной пленки детектора сопровождения, после чего используют стандартную процедуру определения поглощенной дозы.*

2. *Способ по п. 1, отличающийся тем, что профиль распределения поглощенной дозы определяют в рамках стандартной процедуры определения поглощенной дозы путем измерения оптической плотности государственного стандартного образца поглощенной дозы в виде полимерной пленки вдоль ее длины с шагом 1–3 мм, необходимым для обеспечения требуемого пространственного разрешения профиля поглощенной дозы по глубине исследуемого материала.*

3. *Способ по п. 1, отличающийся тем, что высота и ширина образца исследуемого материала, приготовленного в виде параллелепипеда или диаметр образца исследуемого материала, приготовленного в виде цилиндра, в 2–3 раза превышает диаметр электронного пучка.*

# **Патент 2445646 РФ** **РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО** **ДЕТЕКТОРА НЕЙТРОНОВ**

Код(ы) МПК

G01T 1/20

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2445646 РФ. Рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов / *А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгаин, И. И. Мильман, А. В. Кружалов, Ю. Ю. Упорова, Т. С. Королева, М. М. Кидибаяв*. Заявл. 11.06.2008, опубл. 20.03.2012. Бюл. № 35.

## **Реферат**

**Использование:** для стационарного контроля плотности потока и флюенсов нейтронов в активной зоне ядерных реакторов, для периодического контроля доз нейтронного облучения реакторных конструкционных материалов, для решения задач радиационного материаловедения, для использования в качестве детекторов сопровождения изделий и материалов медицинского назначения при их стерилизации в ядерном реакторе, а также для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов в сверхглубоких скважинах.

**Сущность изобретения** заключается в том, что предлагаемое рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов, содержащие ингредиенты: NaF,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{ScF}_3$ ,  $\text{CuF}_2$ , дополнительно содержит фторид лития при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: LiF 99,887–99,988, NaF 0,0005–0,002,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,006–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,005–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,0005–0,001.

**Технический результат:** предлагаемое рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов имеет основной рабочий пик ТСЛ в высокотемпературной области при 520–525 °С, интенсивность которого превышает интенсивность пиков ТСЛ известных термолюминофоров в десятки раз. Оно устойчиво к флюенсам нейтронов ядерного реактора до  $10^{16}$ – $10^{18}$  см<sup>-2</sup>, запасает под действием нейтронов светосумму, имеет малый фединг и способно хранить светосумму (дозиметрическую информацию) в течение нескольких лет.

### Описание изобретения

Изобретение относится к области дозиметрии нейтронного излучения и может быть использовано для стационарного контроля плотности потока и флюенсов нейтронов в активной зоне ядерных реакторов, для периодического контроля доз нейтронного облучения реакторных конструкционных материалов для решения задач радиационного материаловедения, связанных с контролем доз внутриреакторного облучения испытуемых изделий и материалов, пригодно для использования в качестве детекторов сопровождения изделий и материалов медицинского назначения, подлежащих стерилизации в ядерном реакторе, в качестве датчиков для стационарных и аварийных систем контроля ядерных реакторов атомных электростанций, для высокотемпературных измерений флюенса нейтронов стационарных, транспортных и импульсных ядерных реакторов, а также для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов в сверхглубоких скважинах.

Известно рабочее вещество для термолюминесцентного детектора рентгеновского излучения и электронов на основе кристаллов  $\text{LiF:U,Cu}$ ,  $\text{LiF:U,Sr}$ ,  $\text{NaF:U,Sr}$  и способ его получения (А. И. Слесарев, А. А. Жамангулов, М. М. Кидибаев, В. С. Кортов, Б. В. Шульгин / Термостимулированная экзoeлектронная эмиссия кристаллов фторидов лития и натрия, активированных ураном // Письма в ЖТФ, 2000, том 20, Вып. 9. С. 60 – 62). В этих кристаллах, имеющих составы  $\text{LiF:U,Cu}$ ,  $\text{LiF:U,Sr}$ ,  $\text{NaF:U,Sr}$  и выращенных из расплава по способу Киропулоса, после облучения электронами или рентгеновским излучением, наряду с термостимулированной экзoeлектронной эмиссией (ТСЭЭ), наблюдалась при примерно одних и тех же температурах и термостимулированная люминесценция (ТСЛ) с наиболее высокотемпературными пиками при 610K (337 °C) и 714K (441 °C) для  $\text{LiF:U,Cu}$ ; при 699K (426 °C) и 737K (464 °C) для  $\text{LiF:U,Sr}$ . Для  $\text{NaF:U,Sr}$  наиболее высокотемпературный пик обнаружен при 702K (429 °C). Однако для известных рабочих веществ для термолюминесцентной дозиметрии с составами  $\text{LiF:U,Cu}$ ,  $\text{LiF:U,Sr}$ ,  $\text{NaF:U,Sr}$  сведения об их возможных термолюминесцентных свойствах после нейтронного облучения отсутствуют. Кроме того, обнаруженные пики ТСЛ для известных рабочих веществ для термолюминесцентных детекторов расположены при недостаточно высоких температурах (не выше 464 °C), так что известные рабочие вещества не пригодны для высокотемпературной (с требу-



емыми пиками ТСЛ при температуре более  $> 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) дозиметрии флюенсов нейтронов ядерного реактора.

Известны рабочие вещества для термолуминесцентной дозиметрии электронного излучения на основе кристаллов NaF, а именно, NaF:U, NaF:Sr, NaF:Cu, NaF:Pb, NaF:U, NaF:U,Ti и NaF:U,Cr (*Kidibaev M. M., Dzholdoshov B. K., Koroleva T. S., Slesarev A. I., Shulgin B. V., Ivanov V. Yu., Tcherepanov A. N., Pedrini C., Lebbou K.* / TSEE (and TSL) of NaU-U,Me compounds after electron beam irradiation // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2005. Вып. 23. С. 187–192). Однако для всех вышеперечисленных известных рабочих веществ термолуминесцентных детекторов электронного излучения, пики ТСЛ расположены при температурах, недостаточно высоких для обеспечения высокотемпературных измерений доз излучения. Например, для NaF:U наблюдается 11 пиков ТСЛ, но самый высокотемпературный зафиксирован при 736K (463  $^{\circ}\text{C}$ ). При этом о возможности их применения для дозиметрии нейтронов в известном источнике не упоминается, поскольку сведений о чувствительности этих составов к нейтронам не имеется.

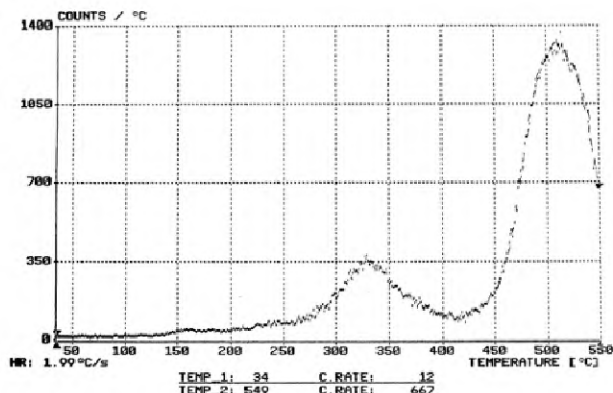
Известны спектры поглощения и спектры импульсной катодолуминесценции составов LiF, LiF:Sc, LiF:U, NaF, NaF:Eu, NaF:Sr, NaF:Yb, NaF:0,01%U, NaF:0.1%U, NaF:U,Ti, облученных нейтронами с реактора с флюенсом  $10^{16}\text{ см}^{-2}$  (*Shulgin B. V., Ivanov V. Yu., Tcherepanov A. N., Petrov V. L., Anipko A. V., Neshov F. G., Kidibaev M. M., Koroleva T. S., Solomonov V. I., Kaigorodova O. A.* / Neutron, ion and electron Induced defects In activated LiF and NaF Srugle crystals // Phys.stat.sol. (c) vol. 2007. Vol. 4, № 3. P. 1126–1129). Однако в известном источнике нет даже упоминания о термолуминесцентных свойствах этих составов после облучения их нейтронами и о возможности использования этих составов в качестве рабочих веществ для термолуминесцентных детекторов.

Известно рабочее вещество для термолуминесцентного детектора нейтронов на основе  ${}^6\text{LiF}$  (с обогащением по изотопу  ${}^6\text{Li}$ ) – это термолуминесцентный детектор TLD-700 (*Horowitz Y. S. et. al.* Limitation of the paired LiF TLD 600, 700 Technique for The estimation of gamma ray dose In mixed n- $\gamma$  radiation fields: The effect of thermal neutrons. – Nucl. Instr. and Methods, 1970. V.160, p.317–320). Однако известный детектор TLD-700

предназначен для регистрации только тепловых нейтронов (ядерная реакция  ${}^6\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{H}$ ). Он является почти идеальным детектором тепловых нейтронов для задач персональной дозиметрии. Однако он не применяется для внутриреакторной дозиметрии, поскольку в спектре нейтронов деления доминируют быстрые нейтроны. Известные рабочие вещества TLD-600, TLD-700 непригодны для высокотемпературной (с требуемыми пиками ТСЛ при температуре  $> 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) дозиметрии нейтронов, поскольку их рабочие пики ТСЛ расположены при  $T < 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Известны рабочие вещества для термолюминесцентных детекторов тепловых нейтронов на основе фторидных и оксидных систем (И. Х. Шавер, В.Г.Кронгауз / Термолюминесцентный метод дозиметрии нейтронов // Люминесцентные приемники и преобразователи ионизирующего излучения. Новосибирск. Наука. Сибирское отделение. 1985. С.61–72; Oberhofer M., Jaspert J./ Radiation Dosimeter – G.B. Patent № 1180246, 1970. МРК G01T-1/100). Это составы на основе LiF,  ${}^6\text{LiF}$ ,  ${}^7\text{LiF}$ ,  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-Mn}$ , LiF-Mg,Ti,  $\text{CuSO}_4\text{-Tm}$ ,  $\text{CaF}_2\text{-Mn}$ ,  $\text{CaF}_2\text{-Dy}$ ,  $\text{CaF}_2$  природный, BeO,  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4\text{-Tb}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , стекла,  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7\text{-Dy}$  и LiF-LiH по G.B.Patent. Однако для известных рабочих веществ для термолюминесцентных детекторов (ТЛД) нейтронов пики ТСЛ обнаружены при невысоких температурах – ниже  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Это удобно для персональной дозиметрии, однако, такие детекторы непригодны для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов. Они непригодны для использования в качестве ТЛД детекторов с длительным (годы) сроком хранения дозиметрической информации при повышенных температурах (аварийный режим) хранения детекторов. Они непригодны для измерения флюенсов нейтронов в сверхглубоких скважинах при рабочих температурах в скважинах от  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  и выше.

Наиболее близким к заявленному является рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов на основе кристаллов NaF:U и LiF:U (А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, И. И. Мильман, А. В. Кружалов, Ю. Ю. Упорова, А. В. Ищенко М. М. Кидибаев, Т. С. Королева), способ получения которого описан в патенте РФ № 2357273 от 27.05.2009. Наиболее высокотемпературные пики ТСЛ для кристаллов LiF:U зафиксированы при  $320\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $510\text{ }^{\circ}\text{C}$ , но их интенсивность невысока, фиг. 1, они непригодны для надежной высокотемпературной дозиметрии нейтронов.



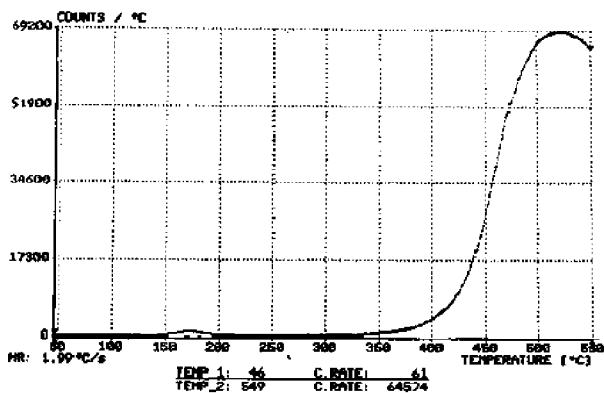
Фиг. 1. Кривая термовысвечивания для прототипа

Задачей изобретения является разработка рабочего вещества для термолуминесцентного детектора нейтронов, устойчивого к высоким флюенсам нейтронов, пригодного для эксплуатации в активной зоне ядерного реактора, для использования в целях дозиметрии нейтронов в радиационных полях с высокой температурой, а также пригодного для длительного (в течение нескольких лет) хранения дозиметрических данных, но обладающего более интенсивным высокотемпературным рабочим пиком ТСЛ (при температурах выше 500 °C), то есть обладающего более высокой чувствительностью к нейтронам, нежели известное рабочее вещество.

Поставленная задача решается за счет того, что предлагаемое рабочее вещество для термолуминесцентного детектора нейтронов, содержащие ингредиенты: NaF,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{ScF}_3$ ,  $\text{CuF}_2$ , дополнительно содержит фторид лития при следующем соотношении ингредиентов (мол. %): LiF 99,887–99,988, NaF 0,0005–0,002,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,006–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,005–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,0005–0,001.

Суть изобретения заключается в том, что в качестве основы рабочего вещества используют фторид лития, который в сочетании с ингредиентами NaF,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{ScF}_3$ ,  $\text{CuF}_2$ , при их определенном соотношении обеспечивает наиболее высокую интенсивность пика ТСЛ при 520–525 °C, превышающую интенсивность высокотемпературного пика ТСЛ известного рабочего вещества в десятки раз.

*Пример 1.* Рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов, имеющее состав (мол. %): LiF 99,887, NaF 0,002,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01,  $\text{ScF}_3$  0,1,  $\text{CuF}_2$  0,001. Для получения рабочего вещества смесь исходных ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде монокристалла методом Киропулоса на воздухе. Выращенный монокристалл раскалывают на пластинки-таблетки. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде пластинок-таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочего вещества быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) до флюенса  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  в нем запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение двух лет при его нагревании (при скорости нагрева  $1,99 \text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ ) была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с рабочим пиком ТСЛ при температуре  $520 - 525 \text{ }^\circ\text{C}$ , фиг. 2. В кривых термовысвечивания наблюдается также слабый пик ТСЛ при  $170 \text{ }^\circ\text{C}$ , однако его интенсивность не превышает 5% от интенсивности основного рабочего пика ТСЛ. Для предлагаемого рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов интенсивность основного пика ТСЛ при  $520 - 525 \text{ }^\circ\text{C}$ , фиг. 2, превышает интенсивность пика ТСЛ для прототипа в  $\sim 50$  раз.



Фиг. 2. Кривая термовысвечивания для предлагаемого рабочего вещества

*Пример 2.* Рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов, имеющее состав (мол. %): LiF 99,988, NaF 0,0005,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,006,  $\text{ScF}_3$  0,005,  $\text{CuF}_2$  0,0005. Для получения рабочих веществ смесь исходных ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде монокристалла методом Киропулоса на воздухе. Выращенный монокристалл раскалывают на пластинки-таблетки. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде кристаллических пластинок-таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочего вещества быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) до флюенса  $2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  в нем запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение двух лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с основным пиком ТСЛ при температуре 520 – 525 °С. Вид кривых ТСЛ соответствует виду кривых ТСЛ, приведенных в Примере 1, фиг. 2. Скорость нагрева рабочего вещества в Примере 2 и далее такая же, как и в Примере 1: 1,99°С/с. Наблюдается также слабый пик ТСЛ при 170 °С, однако его интенсивность не превышает 5% от интенсивности основного рабочего пика ТСЛ. Для предлагаемого рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов интенсивность основного пика ТСЛ при 520 – 525 °С превышает интенсивность пика ТСЛ для прототипа в 53 раза.

*Пример 3.* Рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов, имеющее состав (мол. %): LiF 99,948, NaF 0,001,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01,  $\text{ScF}_3$  0,04,  $\text{CuF}_2$  0,001. Для получения рабочего вещества смесь исходных ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде монокристалла методом Киропулоса на воздухе. Выращенный монокристалл раскалывают на пластинки-таблетки. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде кристаллических пластинок-таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочего вещества быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) до флюенса  $8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  в нем запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение двух лет при его нагревании была

высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с основным рабочим пиком ТСЛ при температуре 520 – 525 °С. Вид кривых ТСЛ для этого состава соответствует виду кривых ТСЛ, приведенных в Примере 1, фиг. 2. Для предлагаемого рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов интенсивность основного рабочего пика ТСЛ при 520 – 525 °С превышает интенсивность пика ТСЛ для прототипа в 45 – 50 раз.

*Пример 4.* Рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов, имеющее состав (мол. %): NaF 99,948, LiF 0,001,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01,  $\text{ScF}_3$  0,04,  $\text{CuF}_2$  0,001. Для получения рабочего вещества смесь исходных ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде монокристалла методом Киропулоса на воздухе. Выращенный монокристалл раскалывают на пластинки-таблетки. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде кристаллических пластинок-таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочего вещества быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) до флюенса  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение двух лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с основным рабочим пиком ТСЛ при температуре 450 – 520 °С, однако его интенсивность была очень низкой, на уровне интенсивности пиков ТСЛ прототипа.

Предлагаемое рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов при оптимальной концентрации ингредиентов обладает высокотемпературным рабочим пиком ТСЛ при температуре 520 – 525 °С. Оно устойчиво к флюенсам нейтронов до  $10^{16}$ – $10^{17} \text{ см}^{-2}$  и выше, имеет малый фединг и, соответственно, способно хранить дозиметрическую информацию в течение нескольких лет (проверено для 3 лет). Рабочее вещество обладает весьма интенсивным высокотемпературным пиком ТСЛ, превышающим интенсивность рабочего пика ТСЛ для прототипа в десятки раз, и, соответственно, обладает повышенной чувствительностью к флюенсам нейтронов. Предлагаемое рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов пригодно для использования в дозиметрических

целях в активной зоне ядерного реактора, пригоден для эксплуатации при высоких температурах в горячих камерах, хранилищах и складах отработанного ядерного топлива. Оно пригоден также для работы в сверхглубоких скважинах с высокими рабочими температурами.

#### **Формула изобретения**

*Рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов, содержащее фторид натрия NaF, нитрид урана  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ , фторид скандия  $\text{ScF}_3$  и фторид меди  $\text{CuF}_2$ , отличающееся тем, что оно дополнительно содержит фторид лития при следующем соотношении ингредиентов (мол. %): LiF 99,887–99,988, NaF 0,0005–0,002,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,006–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,005–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,0005–0,001.*

**Патент 2468060 РФ**

**ДВОЙНОЙ К-НА СУЛЬФАТ В КАЧЕСТВЕ РАБОЧЕГО ВЕЩЕСТВА  
ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ДЕТЕКТОРА РЕНТГЕНОВСКОГО  
И ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ**

Код(ы) МПК

C09K 11/55, 11/56 G01T 1/20

Библиографическая  
ссылка

Пат. 2468060 РФ. Двойной К-На сульфат в качестве рабочего вещества термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения и способ его получения / *М. М. Кидибаяв, К. Шаршеев, У. К. Мамытбеков, Г. С. Денисов, И. И. Мильман, Б. В. Шульгин, Д. Г. Лисиенко.* Заявл. 26.04.2010; опубл. 27.11.2012 Бюл. № 33.

**Реферат**

Область применения: измерение рентгеновского и гамма излучения при решении задач персональной дозиметрии, особо при определении дозозатрат персонала рентгеновских кабинетов и обслуживающего персонала мобильных комплексов радиационного контроля, а также при решении задач радиозэкологического мониторинга в зонах с повышенным радиационным фоном, особо на территориях хвостохранилищ урановых руд. Сущность изобретения: двойной К-На-сульфат состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , предложен в качестве рабочего вещества для термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения, разработан также и способ его синтеза, включающий приготовление исходной смеси ингредиентов, содержащей, мас. %:  $K_2SO_4$  33,2–33,6,  $Na_2SO_4$  66,4–66,8, перемешивание указанных ингредиентов, растворение приготовленной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1, последующее выращивание кристаллов состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора смеси сульфатов при  $pH = 4-6$  при температуре 38,1–38,5 °C при подсветке в течение суток светом красной лампы и дополнительную термохимическую обработку выращенных кристаллов путем нагрева кристаллов до температуры 150–160 °C со скоростью 2,0–2,2 °C/с, выдержке при этой температуре в течение 3–5 мин и последующего охлаждения в режиме естественного остывания кристаллов. Техниче-



ский результат: увеличение световыхода и чувствительности ТЛД детектора рентгеновского и гамма-излучения состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ .

### Описание изобретения

Изобретение относится к области дозиметрии рентгеновского и гамма-излучения с помощью термолюминесцентных детекторов при решении задач персональной дозиметрии, особо при определении дозозатрат персонала рентгеновских кабинетов и обслуживающего персонала мобильных комплексов радиационного контроля, задач радиоэкологического мониторинга в зонах с повышенным радиационным фоном, особо на территориях хвостохранилищ отработанных урановых руд или других радиоактивных материалов и отходов.

Среди применяемых в дозиметрической практике запоминающих термолюминесцентных детекторов (ТЛД) достаточно широкое распространение получили ТЛД на основе сульфатов.

Известно давно применяемое в дозиметрической практике рабочее вещество для термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения на основе сульфата кальция  $CaSO_4:Mn$  и способ его получения. (В.Ю. Иванов. Курс дозиметрии. М. Атомиздат, 1970. 392 с). Известное рабочее вещество для ТЛД на основе  $CaSO_4:Mn$  получают в виде монокристаллов или в виде таблеток, спрессованных из порошка. Рабочее вещество для ТЛД на основе  $CaSO_4:Mn$  имеет простую кривую термовысвечивания с одним максимумом при 80–100 °С. Спектр термостимулированный люминесценции (ТСЛ)  $CaSO_4:Mn$  находится в пределах 400–590 нм с максимумом вблизи 500 нм и обеспечивает диапазон измеряемых доз рентгеновского и гамма-излучения до  $10^2$  Гр. Однако известное рабочее вещество для ТЛД на основе  $CaSO_4:Mn$  обладает недостаточно высоким световыходом ТСЛ.

Известен способ получения сцинтилляционных составов на основе  $LiKSO_4:Cu^{2+}$  (патент РФ № 2148837. МПК G01T 1/202, 3/06. Заявл. 19.04.1999; опубл. 10.05.2000. Бюл. № 13). Кристаллы  $LiKSO_4:Cu$  выращивают методом медленного изотермического испарения из насыщенного водного раствора  $Li_2SO_4$ ,  $K_2SO_4$  и  $H_2O$  в соотношении 1:1:1 при температуре 40 °С при добавлении в исходный раствор сульфата меди  $Cu_2SO_4 \cdot 5 H_2O$  в количестве 8–10 г/л. Эффективный атомный номер кристаллов  $LiKSO_4$  ра-

вен  $Z_{эф} = 14,5$ , он близок к эффективному атомному номеру биологической костной ткани  $Z_{эф} = 12$ , что практически снимает проблему зависимости чувствительности детектора от энергии, то-есть снимает проблему «хода с жесткостью». Однако вышеописанный способ по патенту РФ № 21488837 известен как способ получения сцинтиллятора на основе  $\text{LiKSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  с максимумами спектра свечения при 435–445 нм и длительностью сцинтилляционной вспышки  $\sim 90$  нс при  $\alpha$ -возбуждении, термолюминесцентные свойства этого состава в патенте не описаны.

Известно рабочее вещество абсорбционного детектора рентгеновского излучения и способ его получения на основе кристаллов  $\text{KNaSO}_4:\text{Cu}$  (*Шаршеев К., Ордобаева Ч. Т.* О симметрии окружения примесных ионов  $\text{Cu}^{2+}$  в кристаллах  $\text{KNaSO}_4$ . // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. научн. труд. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 1999. Вып 1. С. 59–62). Кристаллы  $\text{KNaSO}_4$  (тригональная сингония.  $P3m1$ ,  $a = 5,6066\text{Å}$ ,  $c = 7,177\text{Å}$ ,  $z = 2$ ) с примесью меди  $\text{Cu}^{2+}$  были выращены методом изотермического испарения из насыщенного водного раствора сульфатов калия и натрия при постоянной температуре  $37\text{ °C}$  ( $\text{pH} = 5\text{--}6$ ). Примесь вводили в виде  $\text{Cu}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в концентрации 15 г/л. Для выращенных по известному способу кристаллов  $\text{KNaSO}_4:\text{Cu}$  край поглощения расположен в области 365–380 нм ( $E_g = 3,25\text{--}3,38$  эВ), а основная полоса поглощения, используемая в качестве рабочей полосы адсорбционного детектора рентгеновского излучения, расположена в области 750–900 нм (с двумя максимумами при 824 и 848 нм). Однако известный способ разработан для получения кристаллов  $\text{KNaSO}_4:\text{Cu}$  в качестве рабочих веществ только для абсорбционных детекторов рентгеновского излучения. О применении составов  $\text{KNaSO}_4$  в качестве рабочего вещества термолюминесцентного дозиметра в упомянутом выше источнике ничего не говорится. Совершенно аналогичный способ получения кристаллов  $\text{KNaSO}_4:\text{Cu}^{2+}$  для абсорбционного и ЭПР-детекторов, и не для ТЛД детектора описан в монографии К. Шаршеева (*Шаршеев К.* Радиационные и примесные центры с переменной валентностью в кристаллах сложных сульфатов щелочных металлов // Каракол-Екатеринбург: Исык-Кульский гос. университет, ОАО «Полиграфист», 1999. 209 с.). Способ изотермического испарения отличался от описанного выше только температурой раствора: не  $37\text{ °C}$ , а  $35\text{ °C}$ .

Известно рабочее вещество термолюминесцентного детектора (термолюминофора) на основе сульфата  $K_2SO_4$  (*Ким Л. М., Кукетаев Т. Л., Орозбаев А. Х.* Термостимулированная люминесценция сульфата калия. // Сб. тезисов докладов международной конф. по радиационной физике. Бишкек-Каракол: Иссык-Кульский государственный университет, 1999. С. 43). Кристаллы  $K_2SO_4$  имеют пики ТСЛ при 170–175, 200–205, 218–220, 230–265, 310–340, 345–350 и 400–410 К. Недостатками известного термолюминофора является наличие большого числа пиков ТСЛ, а также невысокий световыход ТСЛ кристаллов  $K_2SO_4$ .

Известен сцинтилляционный состав и способ его получения на основе кристаллов, близких по стехиометрии к  $KNaSO_4$ : Li, Cu (патент РФ № 2370788. *М. М. Кидибаев, К. Шаршеев, У. К. Мамытбеков, А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин.* МПК G01T 1/20, 1/202, 3/06. Заявл. 02.06.2008, опубл. 20.10.2009. Бюл. № 29). Для получения сцинтилляционного состава исходные ингредиенты, масс.%,  $Na_2SO_4$  64,7–65,5,  $K_2SO_4$  33,3–31,5,  $Li_2SO_4$  1–1,5 и  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  1,0–1,5 растворяют в воде в соотношении 1:1. При этом образуется насыщенный водный раствор сульфатов, который нагревают до 38 °С. Синтез кристаллов, близких по стехиометрии к  $KNaSO_4$ : Li, Cu, ведут при этой же (38 °С) температуре методом медленного изотермического испарения. Стехиометрия продукта, полученного по патенту РФ № 2370788 не определялась. Однако вышеописанный способ применялся только для получения сцинтилляторов, т. е. детекторов, работающих в online режиме. О рабочем веществе напоминающего термолюминесцентного детектора на основе К-Na-сульфата в известном патенте не упоминается.

Известен люминофор и способ его получения на основе кристаллов  $KNaSO_4$ :Me (Me = Cu, Cr) (*Мамытбеков У. К., Иванов В. Ю., Денисов Г. С., Шаршеев К., Кидибаев М. М.* / Люминесценция кристаллов  $KNaSO_4$ :Me (Me = Cu, Cr) при возбуждении синхротронным излучением // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. научн. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ. 2008. Вып. 24. С.165–170). Кристаллы сульфатов, близкие по стехиометрии к  $KNaSO_4$ , были выращены из насыщенного водного раствора сульфатов калия и натрия методом медленного изотермического испарения при постоянной температуре 42 °С. Полученные таким способом кристаллы сульфатов, близкие по стехиометрии к  $KNaSO_4$ , имеют полосы лю-

минесценции при  $\sim 2,9$  эВ (428 нм) и  $\sim 6,5$  эВ (190 нм), полосы возбуждения при 7,0, 9,5 и 12 эВ и ширину запрещенной зоны  $E_g \geq 9,5$  эВ. Однако термолюминесцентные свойства кристаллов, близких по стехиометрии к  $\text{KNaSO}_4$ , в вышеупомянутой статье не описаны, точная стехиометрия полученных кристаллов не определялась, а К-Na-сульфат не представлен как рабочее вещество для термолюминесцентного детектора.

Наиболее близким к заявляемому по составу ингредиентов и способу синтеза является известный способ получения рабочего вещества термолюминесцентного детектора рентгеновского излучения на основе кристаллов, близких по стехиометрии к  $\text{KNaSO}_4$  (Кидибаев М. М., Денисов Г. С., Шаршеев К., Клименко О. И., Мамытбеков У. К.. Термолюминесценция кристаллов  $\text{KNaSO}_4$ . Известия НАН КР. 2007. № 4. С. 14–17). Кристаллы  $\text{KNaSO}_4$  были выращены из насыщенного водного раствора сульфатов калия и натрия методом медленного изотермического испарения при температуре 38 °С. Соотношение количества солей в 100 г растворителя составляло 66,7 г  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и 33,3 г  $\text{K}_2\text{SO}_4$ . Для стимуляции роста кристаллов  $\text{KNaSO}_4$  в раствор добавляли несколько капель серной кислоты для получения  $\text{pH} = 4\text{--}6$ . Выращенные кристаллы имели дипирамидальную форму. Однако стехиометрия полученных кристаллов в известной публикации не определялась. После облучения в течение 1 часа выращенных кристаллов К-Na-сульфата рентгеновским излучением на установке УРС-70 рентгеновской трубкой 1БПВ1 с ванадиевым антикатодом ( $U = 55$  кВ,  $I = 10$  мА) были проведены измерения ТСЛ. Кривые ТСЛ кристаллов  $\text{KNaSO}_4$ , полученных по известному способу, имеют одну полосу с максимумом при 322 К (49 °С), которая состоит из двух подполос с максимумами при 317 К (44 °С) и 327 К (54 °С). Недостатками известного способа получения рабочего вещества ТЛД на основе Na-K-сульфата является низкая интенсивность и невысокая температура пика ТСЛ, что снижает чувствительность ТЛД и стабильность фединга.

Задачей изобретения является разработка состава двойного К-Na-сульфата, обладающего свойствами, позволяющими использовать его в качестве рабочего вещества термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения с повышенным световыходом и более высокотемпературным пиком термостимулированной люминесценции.

Поставленная задача решена путем разработки нового двойного К-Na-сульфата состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , в качестве рабочего вещества для термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения, обладающего более высоким световыходом ТСЛ, большей запасемой светосуммой и более высокотемпературным пиком ТСЛ.

Поставленная задача решена также в способе получения двойного сульфата состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , включающем приготовление исходной смеси ингредиентов, содержащей, мас. %:  $K_2SO_4$  33,2–33,6,  $Na_2SO_4$  66,4–66,8, перемешивание указанных ингредиентов, растворение приготовленной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1, последующее выращивание кристаллов состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора смеси сульфатов при pH = 4–6 при температуре 38,1–38,5 °C при подсветке в течение суток светом красной лампы и дополнительную термохимическую обработку выращенных кристаллов путем нагрева кристаллов до температуры 150–160 °C со скоростью 2,0–2,2 °C/с, выдержке при этой температуре в течение 3–5 мин и последующего охлаждения в режиме естественного остывания кристаллов.

Сущность изобретения заключается в следующем. Предложен новый двойной К-Na-сульфат состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , в качестве рабочего вещества термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения, предложен также и способ его получения. Предлагаемый способ включает в себя выполнение следующих процедур: приготовление исходной смеси ингредиентов, содержащей, мас. %:  $K_2SO_4$  33,2–33,6,  $Na_2SO_4$  66,4–66,8, перемешивание указанных ингредиентов смеси, растворение исходной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1 и последующее выращивание кристаллов К-Na-сульфата путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора сульфатов при pH = 4–6, причем синтез кристаллов ведут при температуре 38,1–38,5 °C при подсветке в течение суток светом красной лампы, а полученные кристаллы состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью 2,0–2,2 °C/с до температуры 150–160 °C, выдерживают при этой температуре в течение

3–5 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов.

Полученный по новому предлагаемому способу К-Na-сульфат состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4–0,6$ , в качестве рабочего вещества для термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения обладает ТСЛ с повышенными техническими характеристиками: пик ТСЛ расположен при более высокой ( $\sim 100^\circ C$ ) температуре, а световыход ТСЛ увеличен в 1,5–1,75 раза. Спектр ТСЛ находится в пределах 410–440 нм. Эффективный атомный номер  $Z_{эф}$  полученного К-Na-сульфата, рассчитанный для комптон-эффекта и фотоэффекта, не ниже 14,2.

Улучшение технических характеристик рабочего вещества для термолюминесцентного детектора обеспечено выбором оптимальной температуры синтеза и за счет дополнительной термохимической обработки кристаллов  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , приводящей к освобождению кристаллов от молекул структурно-несвязанной воды, присутствующих в кристаллах, выращиваемых из водных растворов. Предлагаемый способ обеспечивает стабилизацию фединга за счет повышения температуры пика ТСЛ и удаления с помощью термообработки структурно-несвязанной воды. Предлагаемая термохимическая обработка рабочего вещества термолюминесцентного детектора является достаточно эффективной. Это будет показано на конкретных примерах ниже. Несмотря на свою относительную простоту она обеспечивает повышение световыхода ТСЛ для детекторов состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4–0,6$ , в 1,5–2 раза, повышение чувствительности ТЛД-детектора и стабилизацию фединга.

Предлагаемое техническое решение иллюстрируется следующими примерами.

*Пример 1.* Готовят смесь исходных ингредиентов, взятых в следующем соотношении:  $K_2SO_4$  33,6 г (33,6 мас. %),  $Na_2SO_4$  66,4 г (66,4 мас. %). Проводят тщательное перемешивание указанных ингредиентов смеси, растворение исходной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1 и последующее выращивание кристаллов К-Na-сульфата путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора сульфатов при  $pH = 4$ . Далее ведут синтез кристаллов при температуре  $38,1^\circ C$  при подсветке раствора в течение суток светом красной лампы. Процесс выращивания кристаллов  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$  размером 12–15 мм занимает не менее меся-

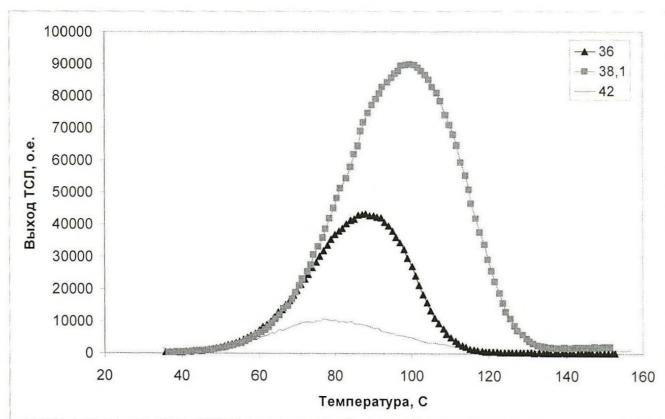
ца (подсветка красной лампой нужна для снижения времени синтеза за счет ускоренного формирования первичного зародыша кристалла). Выращенные кристаллы подвергают химическому анализу, что позволяет определить химическую формулу их состава как  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ . На последней стадии приготовления рабочих веществ для ТЛД полученные кристаллы  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$  подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью  $2,0\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$  до температуры  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , выдерживают при этой температуре в течение 3 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов.

Проведенный химический анализ выращенных кристаллов двойного сульфата позволил не только установить химическую формулу полученного двойного сульфата  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ , но и определить содержание основных примесей, мас. %: Fe –  $6,49 \cdot 10^{-2}$ ; Mg –  $2,01 \cdot 10^{-2}$ ; Al –  $1,17 \cdot 10^{-2}$ ; Cu –  $2,05 \cdot 10^{-2}$ ; Sr –  $1,8 \cdot 10^{-3}$ ; Ni –  $9,47 \cdot 10^{-4}$  и Mn  $1,56 \cdot 10^{-4}$ . Несмотря на наличие указанных примесей полученные образцы рабочего вещества ТЛД на основе  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ , обладают весьма большой запасенной светосуммой, что проявляется в виде интенсивного рабочего пика ТСЛ.

Кривые ТСЛ измеряли для изготовленных в виде ТЛД-таблеток размером  $5 \times 5 \times 1$  мм образцов двойного K-Na-сульфата  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ . Образцы облучали рентгеновским излучением (рентгеновская трубка Eclipse IV Lab Rh. Oxford Instruments, 40 кВ, 20 мкА, Rh-антикатод) в течение 1 минуты. Поглощенная доза в месте расположения образцов составляла величину около 1 Гр. Измерения ТСЛ проводили по стандартной методике. В качестве приемного устройства использовали фотоэлектронный умножитель ФЭУ-142, спектральная чувствительность которого хорошо согласуется со спектром ТСЛ предложенных рабочих веществ для термолюминесцентной дозиметрии. На фиг. 1 приведены кривые ТСЛ предлагаемого рабочего вещества на основе  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ . Они имеют интенсивный максимум, расположенный при  $T_m = \sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Данные соответствуют образцам, прошедшим термохимическую обработку. Зависимость накапливаемой светосуммы от температуры синтеза образцов приведена на фиг. 2 для трех температур синтеза: 36, 38,1 и  $42\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Данные получены для образцов состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4\text{--}0,6$ , также прошедшие термохимическую обработку. Роль термообработки оказывается весьма существенной. Так, например, для случая тем-

пературы синтеза 38,1 °С накопленные светосуммы в прошедших и не прошедших термохимическую обработку образцах  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$  соотносятся как 1, 57:1. Аналогичные результаты получены и в случае регистрации гамма-излучения при использовании изотопов  $^{241}Am$ ,  $^{144}Ce$  или  $^{137}Cs$ .

Сравнительные испытания показали, что полученное по предлагаемому способу рабочее вещество для термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения на основе кристалла двойного К-Na-сульфата состава  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ , выращенного путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора сульфатов при  $pH = 4$  при температуре 38,1 °С, обладает настолько эффективной ТСЛ, что по интенсивности рабочего пика ТСЛ (при пересчете на единицу массы термолуминофора) не уступает такому известному рабочему веществу ТЛД как ТЛД 500 К (ТУ 2655-006-02069208-95).



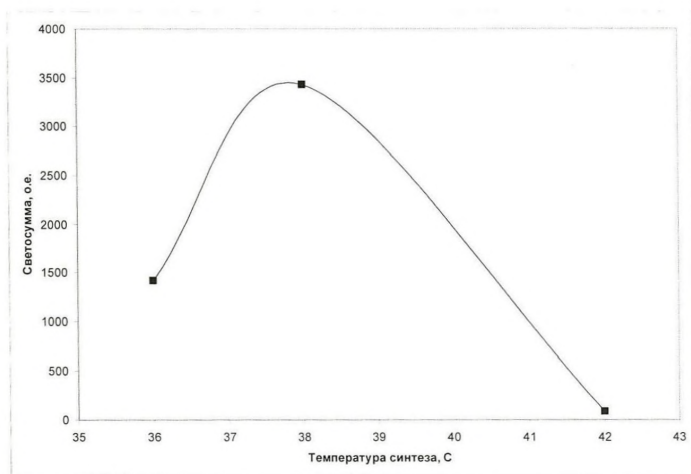
Фиг. 1. Кривые ТСЛ предлагаемого рабочего вещества на основе  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$

*Пример 2.* Готовят смесь исходных ингредиентов, взятых в следующем соотношении:  $K_2SO_4$  (33,2 мас. %),  $Na_2SO_4$  (66,8 мас. %). Проводят тщательное перемешивание указанных ингредиентов смеси, растворение исходной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1 и последующее выращивание кристаллов К-Na-сульфата путем медленного изотермического



го испарения насыщенного водного раствора сульфатов при  $\text{pH} = 4$ . Далее ведут синтез кристаллов при температуре  $38,5^\circ\text{C}$  при подсветке в течение суток светом красной лампы, полученные кристаллы подвергают химическому анализу, что позволяет определить химическую формулу их состава как  $\text{K}_{1,4}\text{Na}_{0,6}\text{SO}_4$ , далее полученные кристаллы  $\text{K}_{1,4}\text{Na}_{0,6}\text{SO}_4$ , подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью  $2,2^\circ\text{C}/\text{с}$  до температуры  $160^\circ\text{C}$ , выдерживают при этой температуре в течение 5 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов. Процесс выращивания кристаллов  $\text{K}_{1,4}\text{Na}_{0,6}\text{SO}_4$  размером 12–15 мм занимает не менее месяца. Выращенные кристаллы подвергают химическому анализу и определяют химическую формулу их состава как  $\text{K}_{1,4}\text{Na}_{0,6}\text{SO}_4$ .

Последняя стадия приготовления рабочих веществ для ТЛД состоит в том, что полученные кристаллы  $\text{K}_{1,4}\text{Na}_{0,6}\text{SO}_4$ , подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью  $2,0^\circ\text{C}/\text{с}$  до температуры  $150^\circ\text{C}$ , выдерживают при этой температуре в течение 3 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов.



Фиг. 2. Зависимость накапливаемой светосуммы от температуры синтеза образцов

Проведенный химический анализ выращенных кристаллов двойного сульфата позволил не только установить химическую формулу полученного двойного сульфата как  $K_{1,4}Na_{0,6}SO_4$ , но и определить наличие основных примесей. Содержание примесей оказалось примерно таким же, как в примере 1. Несмотря на наличие указанных примесей полученные образцы  $K_{1,4}Na_{0,6}SO_4$  обладают весьма эффективной ТСЛ. Вид кривых ТСЛ для этих образцов, приготовленных в виде ТЛД-таблеток размерами  $5 \times 5 \times 1$  мм, такой же, (основной пик ТСЛ расположен при  $\sim 100$  °С), как для кристаллов двойного сульфата  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ , выращенного при температуре 38,1 °С, фиг. 1. (Условия измерения такие же, как и в примере 1).

*Пример 3.* Готовят смесь исходных ингредиентов, взятых в следующем соотношении:  $K_2SO_4$  33,4 г (33,4 мас. %)  $Na_2SO_4$  66,6 г (66,6 мас. %). Проводят тщательное перемешивание указанных ингредиентов смеси, растворение исходной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1 и последующее выращивание кристаллов К-Na-сульфата путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора сульфатов при  $pH = 4$ . Выращивание кристаллов ведут при температуре 38,3 °С при подсветке в течение суток светом красной лампы. Полученные кристаллы подвергают химическому анализу, что позволяет определить химическую формулу их состава как  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$ , далее полученные кристаллы  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$  подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью 2,1 °С/с до температуры 160 °С, выдерживают при этой температуре в течение 4 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов. Вид кривых ТСЛ для состава  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$  такой же, как на фигуре (фиг. 1). Выращенные кристаллы подвергают химическому анализу, что позволяет определить химическую формулу их состава как  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$ . Процесс выращивания кристаллов  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$  размером 12–15 мм занимает не менее месяца.

Последняя стадия приготовления рабочих веществ для ТЛД состоит в том, что полученные кристаллы  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$  подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью 2,0 °С/с до температуры 150 °С, выдерживают при этой температуре в течение 3 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов.

Проведенный химический анализ выращенных кристаллов двойного сульфата позволил не только установить химическую формулу полученного двойного сульфата  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$ , но и определить наличие основных примесей. Содержание примесей оказалось примерно таким же, как в примере 1. Несмотря на наличие указанных примесей полученные образцы  $K_{1,6}Na_{0,4}SO_4$ , изготовленные в виде ТЛД-таблеток, обладают достаточно эффективной ТСЛ. Вид кривых ТСЛ для этих образцов, приготовленных в виде ТЛД-таблеток размерами  $5 \times 5 \times 1$  мм, такой же, (основной пик ТСЛ расположен при  $\sim 100^\circ C$ ), как для кристаллов двойного сульфата  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ , выращенного при температуре  $38,1^\circ C$ , фиг. 1. Состав характеризуется такой же большой запасенной светосуммой в пике ТСЛ при  $\sim 100^\circ C$ , как и состав  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ , выращенный при температуре  $38,1^\circ C$  (условия измерений, результаты которых приведены в примере 3, такие же, как и в примере 1).

*Пример 4.* Готовят смесь исходных ингредиентов, взятых в следующем соотношении:  $K_2SO_4$  33,6 г (33,6 мас. %),  $Na_2SO_4$  66,4 г (66,4 мас. %), т. е. как и в примере 1. Проводят перемешивание указанных ингредиентов смеси, растворение исходной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1 и последующее выращивание кристаллов К-Na-сульфата путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора сульфатов при  $pH = 4$  при температуре  $36^\circ C$  и подсветке в течение суток светом красной лампы. Полученные кристаллы подвергают химическому анализу, что позволяет определить химическую формулу их состава как  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ . Процесс выращивания кристаллов  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$  размерами 12–15 мм занимает не менее месяца.

На последней стадии приготовления рабочих веществ для ТЛД полученные кристаллы  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$  подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью  $2,0^\circ C/c$  до температуры  $150^\circ C$ , выдерживают при этой температуре в течение 3 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов. Кривая ТСЛ для рабочих веществ ТЛД рентгеновского и гамма-излучения на основе кристаллов со стехиометрией  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$ , выращенных при температуре  $36^\circ C$  и изготовленных в виде ТЛД-таблеток размерами  $5 \times 5 \times 1$  мм, приведена на фиг. 1 (условия измерения – как и в

Примере 1). Как видно из фиг. 1, интенсивность рабочего пика ТСЛ ( $T_m = 87^\circ\text{C}$ ) для состава, выращенного при  $36^\circ\text{C}$ , более, чем в 2 раза ниже, чем у состава с аналогичной стехиометрией, но выращенного при оптимальной температуре  $38,1\text{--}38,5^\circ\text{C}$ . Понижение температуры синтеза приводит к снижению запасенной светосуммы более, чем в 2 раза, фиг. 2. Роль термообработки также оказывается весьма существенной. Для температуры синтеза  $36^\circ\text{C}$  накопленные светосуммы в прошедших и не прошедших термохимическую обработку образцах  $\text{K}_{1,5}\text{Na}_{0,5}\text{SO}_4$  соотносятся как 2,03:1.

*Пример 5.* Готовят смесь исходных ингредиентов, взятых в следующем соотношении:  $\text{K}_2\text{SO}_4$  33,6 г (33,6 мас. %)  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  66,4 г (66,4 мас. %), то есть при том же соотношении ингредиентов, что и в Примере 1. Проводят перемешивание указанных ингредиентов смеси, растворение исходной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1 и последующее выращивание кристаллов К-На-сульфата путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора сульфатов при  $\text{pH} = 4$  при температуре  $42^\circ\text{C}$  и подсветке в течение суток светом красной лампы. Полученные кристаллы подвергают химическому анализу, что позволяет определить химическую формулу их состава как  $\text{K}_{1,5}\text{Na}_{0,5}\text{SO}_4$ . Процесс выращивания кристаллов  $\text{K}_{1,5}\text{Na}_{0,5}\text{SO}_4$  размером 12–15 мм при температуре  $42^\circ\text{C}$  также занимает не менее месяца.

На последней стадии приготовления рабочих веществ для ТЛД выращенные кристаллы  $\text{K}_{1,5}\text{Na}_{0,5}\text{SO}_4$  подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью  $2,0^\circ\text{C}/\text{с}$  до температуры  $150^\circ\text{C}$ , выдерживают при этой температуре в течение 3 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов. Кривая ТСЛ для рабочих веществ ТЛД рентгеновского и гамма-излучения на основе кристаллов со стехиометрией  $\text{K}_{1,5}\text{Na}_{0,5}\text{SO}_4$ , выращенных при температуре  $42^\circ\text{C}$  и используемых в виде таблеток размерами  $5 \times 5 \times 1$  мм, приведена на фиг. 1 (условия измерения такие же, как и в Примере 1). Как видно из фиг. 1, интенсивность рабочего пика ТСЛ ( $T_m = 77^\circ\text{C}$ ) для этого состава почти в 10 раз ниже, чем у состава с аналогичной стехиометрией, но выращенного при оптимальной температуре  $38,1\text{--}38,5^\circ\text{C}$ . Повышение температуры синтеза кристаллов со стехиометрией  $\text{K}_{1,5}\text{Na}_{0,5}\text{SO}_4$  до температуры  $42^\circ\text{C}$  приводит к существенному сниже-

нию запасенной светосуммы., фиг. 2. Повышение температуры синтеза вызывает аналогичный эффект для рабочих веществ ТЛД на основе К-Na-сульфатов с другим соотношением элементов, с другой стехиометрией в конечных продуктах синтеза. Роль термообработки для образцов, выращенных при температуре 42 °С также оказывается весьма существенной. Для температуры синтеза 42 °С накопленные светосуммы в прошедших и не прошедших термохимическую обработку кристаллических образцах  $K_{1,5}Na_{0,5}SO_4$  соотносятся как 1,9:1.

Предложенный двойной К-Na-сульфат состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , в качестве рабочего вещества термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения и предложенный способ его получения отвечают требованиям новизны, технической полезности и промышленной применимости.

#### Формула изобретения

1. Двойной К-Na-сульфат состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , в качестве рабочего вещества термолюминесцентного детектора рентгеновского и гамма-излучения.

2. Способ получения двойного К-Na-сульфата состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , включающий приготовление исходной смеси ингредиентов, содержащей, мас. %:  $K_2SO_4$  33,2–33,6,  $Na_2SO_4$  66,4–66,8, перемешивание указанных ингредиентов смеси, растворение исходной смеси ингредиентов в воде в соотношении 1:1 и последующее выращивание кристаллов путем медленного изотермического испарения насыщенного водного раствора сульфатов при  $pH = 4-6$ , причем синтез кристаллов К-Na-сульфата ведут при температуре 38,1–38,5 °С при подсветке раствора в течение суток светом красной лампы, а полученные кристаллы состава  $K_{2-x}Na_xSO_4$ , где  $x = 0,4-0,6$ , подвергают дополнительной термохимической обработке: нагревают в атмосфере воздуха со скоростью 2,1–2,2 °С/с до температуры 150–160 °С, выдерживают при этой температуре в течение 3–5 минут и охлаждают до комнатной температуры в режиме естественного остывания кристаллов.

## Патент 112449 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/20

Библиографическая ссылка Пат. 112449 РФ. Сцинтилляционный детектор /

*Б. В. Шульгин, А. В. Ищенко, О. Н. Шутов, М. Н. Благовещенский, В. И. Арбузов, К. В. Дукельский, А. Н. Черепанов, В. М. Гадельшин, М. М. Кидибаев, Н. Ж. Жевенбаев, В. Н. Чурманов.* Заявл. 13.09.2011. Оpubл. 10.01.2012. Бюл. № 1.

### Реферат

Использование: для подводной регистрации ионизирующих излучений и подводного радиационного мониторинга радона  $^{222}\text{Rn}$  и его дочерних продуктов распада (ДПР) в радонсодержащих водных источниках. Сущность: сцинтилляционный детектор для подводной регистрации ионизирующих излучений включает корпус и сцинтиблок, состоящий из сцинтилляционного датчика, соединенного через световод с фотоприемным устройством, а также блоки обработки и последующей передачи информации по беспроводной линии связи, причем световод и фотоприемное устройство заключены в отдельном герметичном блоке, размещенном внутри корпуса детектора, а сцинтилляционный датчик выполнен в виде одной или нескольких модульных сборок, состоящих из набора разделенных зазорами тонких сцинтиллирующих пластин, причем сцинтилляционный датчик размещен в вододоступной части детектора, которая снабжена дополнительной системой прокачки воды. Технический результат: повышение чувствительности при подводной регистрации ионизирующих излучений. Реализация возможности подводной регистрации альфа-излучения.

### Описание полезной модели

Полезная модель относится к области сцинтилляционных детекторов, пригодных для подводной регистрации ионизирующих излучений. Полезная модель детектора предназначена для решения задач подводного радиационного мониторинга прибрежных морских зон, крупных озер, водохранилищ и других водоемов с использованием различных носителей в ви-

де плавсредств: яхты, плоты, катера, включая радиоуправляемые катера, а также для подводного радиационного мониторинга водоемов селитебных (жилых) зон, включая водозаборные каналы и колодцы с питьевой водой, пригодна для поиска и обнаружения мест несанкционированного сброса в водоемы радиоактивных веществ и отходов, для радиационного мониторинга вод, используемых в атомной промышленности, а также для подводного радиационного мониторинга радона  $^{222}\text{Rn}$  и его дочерних продуктов распада в радонсодержащих водных источниках.

Большинство известных сцинтилляционных детекторов излучений, состоящих из сцинтилляционных датчиков и фотоприемных устройств, заключенных в светонепроницаемый корпус (*Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, Д. Б. Шульгин. Новые детекторные материалы и устройства. М. : Физматлит. 2009. 360 с.*), предназначено для эксплуатации в атмосфере воздуха и совершенно непригодно для осуществления подводного радиационного мониторинга, требующего прямого контакта сенсорных элементов сцинтилляционного датчика с анализируемой водной средой, в частности, с водной средой, содержащей радон. Светонепроницаемый корпус известных сцинтилляционных детекторов, изготовленный, как правило, на основе металлсодержащих материалов, полностью поглощает альфа-излучение радона и продуктов его распада.

Известен сцинтилляционный детектор, работающий в режиме реального времени, для регистрации ионизирующих излучений (Пат. 2143711 РФ. МПК G01T 1/20, 3/00, заявл. 06.04.1999 г., опубл. 27.12.1999, Бюл. № 36. *Б. В. Шульгин, Д. В. Райков, В. С. Андреев, О. В. Игнатьев, В. Л. Петров, Ю. Г. Лазарев, Д. Б. Шульгин*), сцинтиблок которого содержит сцинтилляционный датчик и фотоприемное устройство в виде фотоэлектронного умножителя (ФЭУ), размещенные в едином светонепроницаемом корпусе. Сцинтилляционный датчик выполнен в виде параллельно-последовательного соединенных трех сцинтилляторов: внешнего нейтронного сцинтиллятора (из пластика или стилибена), размещенного в нем (в колодце внешнего сцинтиллятора) сцинтилляционного кристалла NaI-Tl для регистрации гамма-излучения, и внутреннего чувствительного к тепловым нейтронам стеклянного сцинтиллятора на основе  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла, активированного церием, выполненного в виде диска, находящего-

ся в оптическом контакте с ФЭУ. Информация со сцинтиблока поступает на блок обработки сигналов. Однако известный сцинтилляционный детектор непригоден для размещения непосредственно в анализируемой водной среде, содержащей радиоактивные вещества, не пригоден для регистрации альфа-излучения, связанного с радоном или с альфа-излучением от других радиоактивных источников, находящихся в водной среде, поскольку корпус детектора полностью поглощает альфа-излучение. Известный детектор непригоден для эффективной подводной регистрации ионизирующих излучений.

Известен трековый детектор для обнаружения и регистрации радона (М. В. Жуковский, И. В. Ярмошенко. Радон: измерение, дозы, оценка риска. Екатеринбург: УрО РАН, 1977. 231 с.; Р. Б. Термечикова, М. В. Жуковский, М. М. Кидибаев. Закономерности накопления радона в жилых помещениях Иссык-Кульской области. Межвуз. сб. науч. трудов. Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Екатеринбург : УГТУ–УПИ, 2002. Вып. 11. С. 97–105). Недостатком интегральных трековых детекторов, применяемых для регистрации радона, является большое время экспозиции, большое время накопления информации – не менее 1–3 месяцев; такой детектор является накопительным, запоминающим детектором, он не может работать в режиме реального времени.

Известен сцинтилляционный детектор  $\beta$ -излучения на основе стеклянного сцинтиллятора, имеющего состав  $\text{LiO-CaO-MgO:Ce}$  (Платонов Н. Н., Ремезов А. Е., Шульгин Б. В., Райков Д. В., Иванов В. Ю., А. Н. Черепанов, П. В. Райков. Применение стеклянных сцинтилляторов для регистрации  $\beta$ -излучения. Межвузовский сборник научных трудов. Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Екатеринбург : УГТУ–УПИ 2005. Вып. 19. С. 123–126). Сцинтилляционный датчик известного детектора выполнен в виде тонкой стеклянной пластины, имеющей форму диска. Однако сцинтилляционный датчик известного сцинтилляционного детектора имеет небольшие размеры: толщину  $\sim 1$  мм и диаметр 20 мм (площадь  $314 \text{ мм}^2$ ), поэтому обладает невысокой чувствительностью. Главный недостаток известного сцинтилляционного детектора заключается в том, что конструкция детектора, элементом которой является корпус, поглощающий альфа-излучение, не позволяет с его помощью проводить измерения уровня



радиации непосредственно в водной среде, он не пригоден для регистрации альфа-излучения от радиоактивных источников, находящихся в водной среде. Известный сцинтилляционный детектор ионизирующего излучения не пригоден для проведения эффективного подводного радиационного мониторинга бета- и гамма-излучения и совершенно непригоден для подводной регистрации радона по альфа-излучению.

Известен сцинтилляционный детектор со сцинтилляционным датчиком на основе сцинтиллирующего литиевого силикатного стекла, имеющего состав  ${}^6\text{Li}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{SiO}_2:\text{Ce}$  (Чурманов В. Н., Горкунова С. И., Витовский И. Л., Седунова И. Н. / Межвузовский сборник научных трудов. Приборы и методы экспериментальной физики. Екатеринбург, УрФУ 2010. Вып. 27. С. 120–126). В известном сцинтилляционном детекторе сцинтилляционный датчик сцинтиблока представляет собой сборку из нескольких десятков прижатых друг к другу стекловолокон (толщиной  $\sim 0,5$  мм, длиной до 4,8 см), а фотоприемное устройство выполнено в виде фотоэлектронного умножителя. Сцинтилляционный датчик и фотоприемное устройство размещены в светонепроницаемом корпусе. Сцинтилляционный датчик чувствителен к бета-, гамма-излучению и нейтронам. Нейтроны в известном детекторе регистрируются вследствие ядерной реакции  ${}^6\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{H}$ . Альфа-частицы возникают в самом сцинтилляторе. Применение стекловолокон обеспечивает минимальные потери света в сцинтилляционном детекторе. Однако известный сцинтилляционный детектор не пригоден для эксплуатации непосредственно в водных средах, когда требуется прямой контакт сенсорных элементов сцинтилляционного датчика с анализируемой водной средой, он не может работать, будучи погруженным в воду, он не пригоден для подводной регистрации ионизирующих излучений.

Известен сцинтилляционный детектор (Иванов В. Ю., Ищенко А. В., Викторов Л. В., Кунцевич Г. А., Хохлов К. О., Черепанов А. Н., Шеин А. С., Шульгин Б. В., Кидибаев М. М., Королева Т. С. Интегрированная геоинформационная система контроля радиационной обстановки селитебной зоны озера Иссык-Куль // Мобильные комплексы радиационного контроля. Сборник научных разработок. Екатеринбург : УрФУ, 2011. С. 63–82), содержащий в светонепроницаемом корпусе сцинтилляционный датчик на основе кристалла  $\text{CsI:Tl}$  и фотодиодное фотоприемное устройство, блок

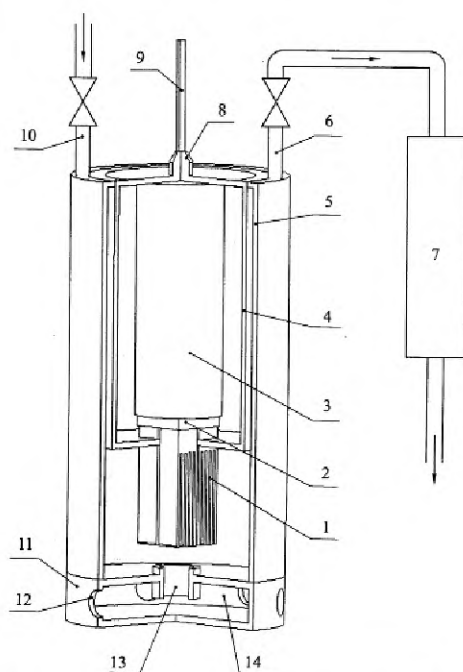
первичной обработки информации, а также блок передачи телеметрической информации по радиоканалу на удаленный блок приема информации центрального диспетчерского пункта. Однако в известном сцинтилляционном детекторе сенсорные элементы модульных сборок на основе кристаллов CsI:Tl, находящихся в светонепроницаемом корпусе, не имеют и не могут иметь прямого контакта с анализируемой водной средой, совершенно непригодны для регистрации альфа-излучения радона и других альфа-активных изотопов, так что известный сцинтилляционный детектор непригоден для подводной регистрации ионизирующих излучений.

Наиболее близким к заявляемому сцинтилляционному детектору является сцинтилляционный детектор, разработанный фирмой Митцубиси для подводной регистрации гамма-излучения (Пат. 5434415 США, МПК G01T 1/20, 1/203 от 18.07.1995), содержащий два полуцилиндрических, прижатых друг к другу сцинтиллятора, выполненных из кристаллов NaI:Tl, образующих сцинтиблок с полым внутренним каналом с размещенным в канале люминесцентным волоконным световодом-смесителем спектра, сочетанным с волоконным световодом и фотоприемным устройством. Однако известный сцинтилляционный детектор, предназначенный для работы в водяной защите ядерного реактора и располагаемый в водной среде на удалении от верха активной зоны реактора на расстояниях от 0 до 6,5 м, пригоден для регистрации только гамма-излучения и не пригоден для подводной регистрации альфа-излучения радона и других альфа-активных изотопов, поскольку сенсорные элементы сцинтилляционного датчика известного детектора находятся в водонепроницаемой оболочке и не имеют непосредственного контакта с анализируемой средой, тем более, что кристаллы NaI:Tl в водной среде немедленно растворятся.

Задачей полезной модели является разработка сцинтилляционного детектора, пригодного для подводной регистрации ионизирующих излучений, включая косвенно ионизирующее-нейтронное излучение, непосредственно в водной среде, то есть задачей модели является разработка сцинтилляционного детектора, для которого сенсорные элементы сцинтилляционного датчика имеют прямой контакт с анализируемой водной средой и размещаются в этой среде.

Задача решается за счет того, что полезная модель сцинтилляционного детектора для подводной регистрации ионизирующих излучений включает корпус и сцинтиблок, состоящий из сцинтилляционного датчика, соединенного через световод с фотоприемным устройством, а также блоки обработки и последующей передачи информации по беспроводной линии связи, причем световод и фотоприемное устройство заключены в отдельном герметичном блоке, размещенном внутри корпуса детектора, а сцинтилляционный датчик выполнен в виде одной или нескольких модульных сборок, состоящих из набора разделенных зазорами тонких сцинтиллирующих пластин, причем сцинтилляционный датчик размещен в вододоступной части детектора, которая снабжена дополнительной системой прокачки воды. Такая конструкция обеспечивает решение поставленной задачи: в предлагаемой модели сцинтилляционного детектора сенсорные элементы сцинтилляционного датчика имеют прямой контакт с анализируемой водной средой. Сцинтилляционный датчик может содержать до четырех-шести и более сцинтилляционных модульных сборок, каждая из которых может содержать от двух до восьми и более сцинтилляционных пластин, являющихся основными сцинтилляционными элементами датчика и одновременно являющихся световодами с минимальными потерями света из-за эффекта полного внутреннего отражения. Сцинтилляционные пластины имеют толщину 0,8–1,5 мм, ширину 8–15 мм, длину 100–200 мм и более.

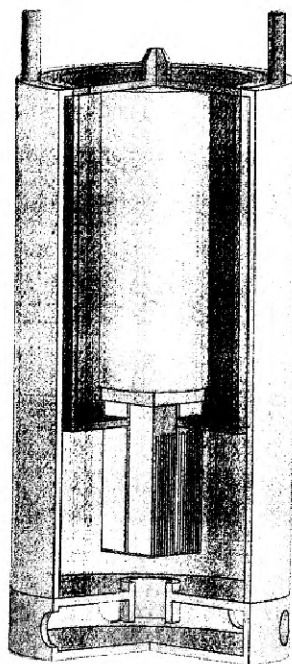
Схема предлагаемой полезной модели сцинтилляционного детектора для подводной регистрации ионизирующих излучений приведена на фиг. 1 и 2. Схема приведена в качестве примера полезной модели сцинтилляционного детектора для случая, когда сцинтилляционный датчик выполнен в виде четырех модульных сборок из пяти разделенных зазорами тонких сцинтилляционных пластин. Пластины в данном примере имеют толщину 1 мм, ширину 10 мм, длину 150 мм, между пластинами имеются полые каналы, из 5 сцинтиллирующих пластин формируют сцинтилляционную модульную сборку, а комплект из 4 прижатых друг к другу сцинтилляционных модульных сборок образует сцинтилляционный датчик.



Фиг. 1. Схема сцинтилляционного детектора для подводной регистрации ионизирующих излучений

Сцинтилляционный датчик 1, выполненный в виде четырех модульных сборок, размещен в вододоступной части детектора, то есть непосредственно в водной среде. Через световод 2 сцинтилляционный датчик соединен с фотоприемным устройством 3, размещенным в отдельном герметичном блоке 4, расположенном внутри корпуса детектора 5. Корпус детектора 5 и отдельный герметичный блок 4 имеют общую верхнюю крышку. Между герметичным блоком и корпусом детектора имеется зазор, который через выходной патрубок 6 в верхней крышке корпуса соединен с насосом 7 для перекачки воды, поступающей через входной патрубок 10, также расположенный на верхней крышке устройства, фотоприемное устройство через патрубок 8 соединено с помощью кабеля-троса 9 с блоком питания и блоком первичной обработки информации, а также с блоком передачи ин-

формации с помощью беспроводной линии связи (эти блоки на фиг. 1 и 2 не показаны). Корпус детектора снизу снабжен крышкой 11, имеющей боковые отверстия 12 для забора воды и центральную горловину 13. Блоки питания и первичной обработки информации, поступающей от сцинтилляционного датчика, расположены на рабочем носителе, например, на обычном или на радиоуправляемом сторожевом катере или на других плавсредствах, например, на плотках, лодках, яхтах или на морских буях.



Фиг. 2. Вид детектора  
для подводной регистрации ионизирующих излучений

Предлагаемая полезная модель сцинтилляционного детектора пригодна для эксплуатации непосредственно в водной среде, пригодна для подводной регистрации ионизирующих излучений. Сцинтилляционный детектор работает в двух режимах с участием и без участия системы прокач-

ки воды через сцинтилляционный датчик. В обоих случаях предварительные фоновые измерения радиации проводят при погружении сцинтилляционного детектора в бак с чистой водой, с которой имеют непосредственный контакт сенсорные элементы (пластины) сцинтилляционного датчика. Результаты фоновых измерений обрабатываются в блоке обработки первичной информации и запоминаются.

Режим 1. Работа сцинтилляционного детектора в режиме без дополнительной прокачки анализируемой водной среды через сцинтилляционный датчик).

После фоновых измерений с использованием бака с чистой водой для проведения измерений в анализируемой водной среде сцинтилляционный детектор (фиг. 1) доставляют на водном носителе, например, на лодке, плоту, на обычном или радиоуправляемом катере к точке (зоне) контроля и размещают в зоне радиационного контроля водной среды с помощью кабеля-троса на определенной глубине (от одного до нескольких метров). Сенсорные элементы четырех модульных сборок описываемого в примере сцинтилляционного датчика 1, выполненные из тонких сцинтиллирующих пластин, регистрируют контролируемые виды излучения. Для контроля альфа-, бета- или гамма-излучения и тепловых нейтронов в настоящем примере сенсорные элементы сцинтиллирующего датчика изготовлены из тонких стеклянных пластин  ${}^6\text{Li}_2\text{O-MgO-SiO}_2\text{:Ce}$  с повышенным содержанием изотопа  ${}^6\text{Li}$ . Для регистрации жесткого гамма-излучения в качестве сенсорных элементов сцинтилляционного датчика используют, например, сцинтилляционные кристаллы ортогерманата висмута  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ , изготовленные в виде тонких пластин. Для регистрации быстрых нейтронов возможно использование водостойких пластиков. В качестве сцинтилляционных сенсорных материалов могут быть использованы и другие устойчивые в водной среде сцинтилляторы, например активированные церием силикаты лютеция или силикаты гадолиния, а также алюмоиттриевого граната. Размеры пластин, используемых в примере, составляют  $1 \times 10 \times 150 \text{ мм}^3$ . При указанных размерах и количестве сцинтилляционных сборок общая площадь соприкосновения анализируемой водной среды с сенсорными элементами составляет порядка  $600 \text{ см}^2$ , что более, чем в 100 раз превышает такую для описанного выше известного аналога и, соответственно, повышает

чувствительность детектора при регистрации короткопробежных  $\alpha$ -частиц при определении концентрации радона и его дочерних продуктов распада.

Анализируемая водная среда поступает в каналы между пластинами сцинтилляционного датчика благодаря водозаборным боковым отверстиям 12 в нижней крышке 11 наружного корпуса устройства; для очистки анализируемой водной среды от нерастворимых примесей и мелкого мусора в устройстве предусмотрено применение фильтров, которые закрепляют либо на горловине крышки 13, либо размещают в свободной полости внутри крышки. Крышка 11 с отверстием 12 и горловиной 13 играет также роль лабиринта для предотвращения прямого попадания света на элементы сцинтиблока.

Под действием излучения радиоизотопов, находящихся в анализируемой водной среде, непосредственно контактирующей с сенсорными элементами (пластинами) сцинтилляционного датчика, в сенсорных элементах возникают сцинтилляции, которые через общий для всех модульных сборок световод 2 поступают на фотоприемное устройство 3. Для случая  ${}^6\text{Li}$ -силикатного стекла сцинтилляции имеют длительность 60–80 нс и обладают максимумом спектра свечения 390–400 нм. Для улучшения светосбора торцы сцинтиллирующих пластин, не связанные со световодом, покрывают зеркальным отражателем. Фотоприемное устройство состоит из фотозлектронного умножителя или из PIN-фотодиодной или ПЗС-матрицы, причем спектральная чувствительность фотоприемного устройства должна быть согласована с максимумом спектра свечения сенсорного сцинтилляционного элемента. Сигналы с фотоприемного устройства с помощью кабеля 9 передаются на блок первичной обработки информации, где уровень регистрируемой радиации сравнивается с фоновым уровнем, полученным для чистой воды. Далее по беспроводной линии связи для обеспечения контроля в режиме реального времени информация передается на удаленный блок сбора и конечной обработки информации. При использовании в качестве носителей штатных сторожевых катеров и яхт блоки контроля могут располагаться непосредственно на этих носителях.

Режим 2. Работа сцинтилляционного детектора в режиме с дополнительной прокачкой анализируемой водной среды через сцинтилляционный датчик.

Такой режим бывает необходим при анализе радона в водных средах или при радиационном мониторинге водных сред с невысоким содержи-

ем радиоактивных изотопов. Реализация режима 2 в плане использования сенсорных элементов и обработки информации аналогична реализации режима 1, однако имеет свои особенности. Прокачку анализируемой водной среды через сцинтилляционный детектор проводят с помощью насоса 7 через патрубки 6 и 10 с помощью регулировочных клапанов. Прокачка необходима при анализе содержания радона или других радиоактивных изотопов в анализируемой водной среде, если их концентрация невелика.

Предлагаемая полезная модель сцинтилляционного детектора для подводной регистрации ионизирующих излучений обеспечивает технический результат: повышение чувствительности при подводной регистрации бета- и мягкого гамма-излучения и возможность подводной регистрации альфа-излучения.

Предлагаемая полезная модель сцинтилляционного детектора может также работать и в воздушной среде, то есть в режиме, характерном для большинства сцинтилляционных детекторов. Для обеспечения такого режима систему прокачки воды 7 отключают и вместо рабочей нижней крышки с отверстиями для забора воды используют запасную крышку 11 без отверстий для забора воды.

### **Формула полезной модели**

1. *Сцинтилляционный детектор для подводной регистрации ионизирующих излучений, включающий корпус, сцинтиллок, состоящий из сцинтилляционного датчика, соединенного через световод с фотоприемным устройством, блок первичной обработки информации и блок передачи данных по беспроводной линии связи, отличающийся тем, что корпус детектора выполнен вододоступным, внутри корпуса размещены заключенные в отдельный герметичный блок световод и фотоприемное устройство, а сцинтилляционный датчик выполнен в виде одной или нескольких модульных сборок, состоящих из сенсорных элементов в виде разделенных зазорами тонких сцинтилляционных пластин, причем сцинтилляционный датчик размещен в вододоступной части детектора.*

2. *Сцинтилляционный детектор по п.1, отличающийся тем, что он снабжен системой прокачки воды через сцинтилляционный датчик.*



## Патент 119129 РФ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР

Код(ы) МПК

G01T 1/20,1/202,3/06

Библиографическая  
ссылка

Пат. 119129 РФ. Сцинтилляционный детектор /  
*Б. В. Шульгин, А. В. Ищенко, В. М. Гадельшин,  
О. Н. Шутов, М. Н. Благовещенский, В. И. Арбузов,  
К. В. Дукельский, А. Н. Черепанов, М. М. Кидибаев,  
Н. Ж. Жевенбаев.* Заявл. 01.03.2012, опубл. 10.08.2012.  
Бюл. № 22.

### Реферат

**Использование:** для дистанционного мониторинга подводной радиационной обстановки.

**Сущность:** сцинтилляционный детектор для подводной регистрации ионизирующих излучений, включающий корпус, сцинтиллятор, состоящий из сцинтилляционного датчика, размещенного в вододоступной части детектора и снабженного системой прокачки воды, световода и фотоприемного устройства, заключенных в отдельный герметичный блок, а также блок первичной обработки информации и блок передачи данных по беспроводной линии связи, причем сцинтилляционный датчик выполнен в виде скрученного в форме пружины пучка сцинтиллирующих волокон.

**Технический результат:** повышение сцинтилляционной эффективности детектора при проведении дистанционного мониторинга подводной радиационной обстановки.

### Описание полезной модели

Полезная модель относится к области сцинтилляционных детекторных устройств, предназначенных для подводной регистрации ионизирующих излучений от потенциально опасных подводных объектов, в том числе затонувших подводных лодок и судов с атомными энергетическими установками. Полезная модель детектора пригодна для решения задач подводного радиационного мониторинга (включая дистанционный мониторинг) подводной радиационной обстановки прибрежных морских зон, крупных озер, водохранилищ и других водоемов с использованием различных носи-

телей в виде плавсредств: яхты, плоты, катера, включая радиоуправляемые катера и радиобуи, а также для подводного радиационного мониторинга водоемов селитебных (жилых) зон, включая водозаборные каналы и колодцы с питьевой водой, пригодна для поиска и обнаружения мест несанкционированного сброса в водоемы радиоактивных веществ и отходов, для радиационного мониторинга вод, используемых в атомной промышленности, и других вод техногенного происхождения, а также для подводного радиационного мониторинга радона  $^{222}\text{Rn}$  и его дочерних альфа-излучающих продуктов распада ( $^{218}\text{Po}$ ,  $^{214}\text{Po}$ ,  $^{210}\text{Po}$ ,  $^{214}\text{Bi}$ ) в радонсодержащих водных источниках.

Большинство известных сцинтилляционных детекторов излучений, состоящих из сцинтилляционных датчиков и фотоприемных устройств, заключенных в светонепроницаемый корпус (Шульгин Б. В., Черепанов А. Н., Шульгин Д. Б. Новые детекторные материалы и устройства. М.: Физматлит. 2009. 360 с.; Шульгин Б. В., Черепанов А. Н., Викторов Л. В. и др. / Новые оптические материалы и устройства. Патентные разработки Уральского федерального университета. Справочник (320 технических решений). Екатеринбург: УрФУ, 2011. 691 с.), не являются герметичными устройствами, поскольку они предназначены для эксплуатации в атмосфере воздуха, по этой причине непригодны для осуществления радиационного мониторинга подводной радиационной обстановки, особо в случаях, когда требуется непосредственный контакт сцинтиллятора с анализируемой водной средой.

Известен сцинтилляционный детектор, разработанный фирмой Митцубиси для подводной регистрации гамма-излучения (Пат. 5434415 США, МПК G 01T 1/20, 1/203 от 18.07.1995), содержащий два полуцилиндрических, прижатых друг к другу сцинтиллятора, выполненных из кристаллов  $\text{NaI:Tl}$ , образующих сцинтиблок с полым внутренним каналом с размещенным в канале люминесцентным волоконным световодом-смесителем спектра, сочетанным с волоконным световодом и фотоприемным устройством. Однако известный сцинтилляционный детектор, предназначенный для работы в водяной защите ядерного реактора и располагаемый в водной среде на удалении от верха активной зоны реактора на расстояниях от 0 до 6,5 м, пригоден для регистрации только гамма-излучения и непригоден для под-

водной регистрации альфа-излучения радона и других альфа-активных изотопов, поскольку сенсорные элементы сцинтилляционного датчика известного детектора находятся в водонепроницаемой оболочке и не имеют непосредственного контакта с анализируемой средой, тем более, что кристаллы NaI:Tl в водной среде немедленно растворяются.

Известен трековый детектор для обнаружения и регистрации радона (Жуковский М. В., Ярмошенко И. В. Радон: измерение, дозы, оценка риска. Екатеринбург : УрО РАН, 1977. 231 с.; Термечикова Р. Б., Жуковский М. В., Кидибаев М. М. Закономерности накопления радона в жилых помещениях Иссык-Кульской области. Межвуз. сб. науч. трудов. Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Екатеринбург : УГТУ–УПИ, 2002. Вып. 11. С. 97–105). Недостатком интегральных трековых детекторов, применяемых для регистрации радона, является большое время экспозиции, большое время накопления информации – не менее 1–3 месяцев; такой детектор является накопительным, запоминающим детектором, он не может работать в режиме реального времени.

Известна детектирующая система – станция для дистанционного мониторинга подводной радиационной обстановки (Патент на полезную модель 101204 РФ от 10.01.2011. Станция для дистанционного мониторинга подводной радиационной обстановки / А. Ю. Казеннов, В. З. Кранц, О. Н. Кузнецов, А. И. Лайкин, Д. Б. Островский, МПК G01T 1/20; H04B 13/00, опубл. 10.01.2011. Бюл. № 1). Среди контролируемых полей излучений авторами известной станции радиационного мониторинга основное внимание уделено регистрации и контролю гамма-излучения. В патенте в качестве детектора излучения используют гамма-спектрометр. Однако чувствительный элемент гамма-спектрометра не может иметь непосредственного контакта с водной средой, поэтому известная станция дистанционного мониторинга подводной радиационной обстановки, будучи заключенной, как и весь гамма-спектрометр, в герметичный корпус, совершенно непригодна для регистрации альфа-излучения радона и продуктов его распада.

Наиболее близким к заявляемому является сцинтилляционный детектор для подводной регистрации ионизирующих излучений (Патент на полезную модель 112449 РФ. Сцинтилляционный детектор. МПК G01T 1/20. Б. В. Шульгин, А. В. Ищенко, О. Н. Шutow, М. Н. Благовещенский,

*В. И. Арбузов, К. В. Дукельский, А. Н. Черепанов, В. М. Гадельшин, М. М. Кидибаев, Н. Ж. Жеенбаев, В. Н. Чурманов*), который включает корпус, сцинтиблок, состоящий из сцинтилляционного датчика, соединенного через световод с фотоприемным устройством, а также блоки обработки и последующей передачи информации по беспроводной линии связи, причем световод и фотоприемное устройство заключены в отдельном герметичном блоке, размещенном внутри корпуса детектора, а сцинтилляционный датчик выполнен в виде одной или нескольких модульных сборок, состоящих из набора разделенных зазорами тонких сцинтиллирующих пластин, сцинтилляционный датчик при этом размещен в вододоступной части детектора. Сцинтилляционные пластины имеют толщину 0,8–1,5 мм, ширину 8–15 мм, длину 100–200 мм и более. В известной модели сцинтилляционного детектора сенсорные элементы сцинтилляционного датчика имеют прямой контакт с анализируемой водной средой. Однако общая площадь поверхности сенсорных сцинтиллирующих пластин, контактирующих с водной средой и способных воспринимать и регистрировать короткопробежные альфа-частицы, наряду с другими видами радиации, невелика, вследствие чего известный сцинтилляционный детектор обладает невысокой сцинтилляционной эффективностью.

Задачей полезной модели является разработка сцинтилляционного детектора с повышенной сцинтилляционной эффективностью, содержащего сенсорные элементы, имеющие прямой контакт с анализируемой радиоактивной водной средой, пригодного для подводной регистрации контролируемых альфа-, бета-, гамма- и нейтронного излучений и для дистанционного мониторинга подводной радиационной обстановки, создаваемой этими видами излучения.

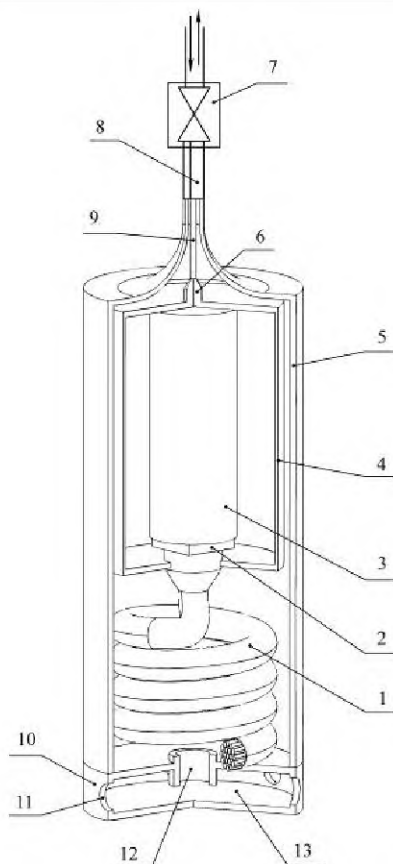
Задача решается за счет того, что сцинтилляционный детектор для подводной регистрации ионизирующих излучений, включающий корпус, сцинтиблок, состоящий из сцинтилляционного датчика, размещенного в вододоступной части детектора, световода и фотоприемного устройства, заключенных в отдельный герметичный блок, а также блок первичной обработки информации и блок передачи данных по беспроводной линии связи, имеет сцинтилляционный датчик нового типа, выполненный в виде скрученного в форме пружины пучка сцинтиллирующих волокон.

Сцинтиллирующие волокна имеют непосредственный контакт с анализируемой водной средой и из-за повышенного отношения рабочей площади поверхности (чувствительной к короткопробежному альфа-излучению) к объему сенсорного элемента обеспечивают повышенную эффективность регистрации излучений.

Схема предлагаемой полезной модели сцинтилляционного детектора приведена на фиг. 1. Детектор содержит размещенный в вододоступной части детектора сцинтилляционный датчик 1, выполненный в виде скрученного в форме пружины пучка сцинтиллирующих волокон диаметром от нескольких десятков до нескольких сотен микрон (от 15 до 200 штук и более в пучке), размещаемых в водной среде. Пучок волокон закреплен тонким чехлом, фиг. 1, либо скреплен редкой проволочной сеткой, фиг. 2, для обеспечения повышенной вододоступности каждого волокна. Торцы волокон со стороны водозаборной части снабжены отражателем света для увеличения светосбора. С помощью световода 2 сцинтилляционный датчик соединен с фотоприемным устройством 3, находящемся в отдельном прочном герметичном блоке 4, расположенном внутри корпуса детектора 5. Корпус детектора 5 и герметичный блок 4 имеют общую верхнюю крышку. На верхней крышке корпуса имеется клапан 6 для подачи воздуха из баллона со сжатым воздухом (баллон на фиг. 1 не показан), держатель гибкого трубопровода для подачи воздуха 7 с каналом для кабеля 8 (кабеля для обеспечения работы блока питания и блока первичной обработки информации, а также для обеспечения работы блока передачи информации с помощью беспроводной линии связи, эти блоки на фиг. 1 не показаны). Кабель заведен в герметичный блок через герметичный патрубок 9. Между герметичным блоком и корпусом детектора имеется зазор, в который может поступать воздух через клапан 6 из баллона со сжатым воздухом. Корпус детектора снабжен крышкой 10 с боковыми отверстиями 11 для забора воды через центральную горловину 12 и фильтр для очистки воды от мелкого мусора, располагаемый на дне 13 нижней крышки 10 (фильтр на фиг. 1 не показан).

Схема крепежа сцинтиллирующих волокон в пучке, обеспечивающая их повышенную вододоступность, приведена на фиг. 2. Такое крепление волокон используется при регистрации короткопробежных альфа- и мягко-

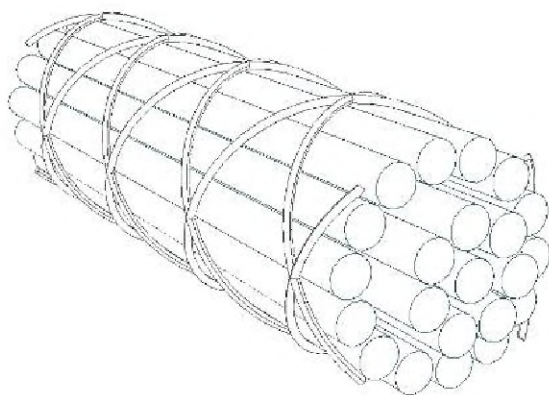
го бета-излучения. Техногенные и природные воды, содержащие радиоактивные изотопы омывают наружные поверхности волокон и проникают в зазоры между волокнами.



Фиг. 1. Схема сцинтилляционного детектора

Вид материала сцинтиллирующих волокон выбирают в зависимости от вида контролируемого излучения. Для контроля альфа-, бета- или гам-

ма-излучения и тепловых нейтронов в настоящей разработке сенсорные элементы сцинтиллирующего датчика изготовлены из тонких стеклянных волокон  $\text{Li}_2\text{O-MgO-SiO}_2\text{:Ce}$  (для нейтронов с повышенным содержанием изотопа  $^6\text{Li}$ ) диаметром от нескольких десятков до нескольких сотен микрон. Для регистрации гамма-излучения в качестве сенсорных элементов сцинтилляционного датчика можно использовать любые достаточно гибкие сцинтилляционные волокна, чувствительные к гамма-излучению, например, сцинтилляционные кристалловолокна ортогерманата висмута  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (их использование для случая воздушной среды описано в патенте 2262722 РФ) или на основе галогенидов серебра (Патент 2154290 РФ), последние пригодны также для регистрации альфа- и электронного излучения. Для регистрации быстрых нейтронов возможно использование волокон, изготовленных из водостойких пластиков.



Фиг. 2. Схема крепежа сцинтиллирующих волокон в пучке

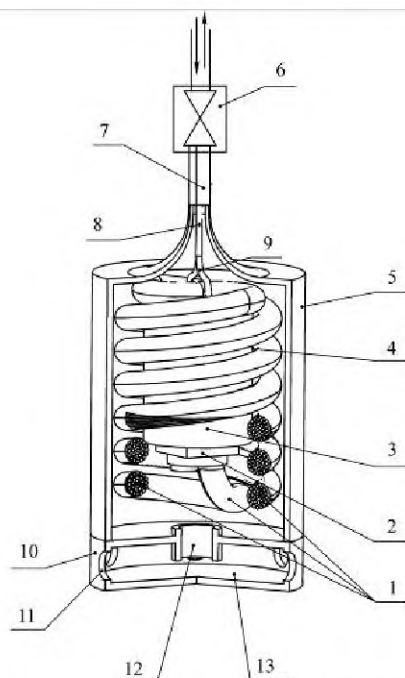
В качестве сцинтилляционных сенсорных материалов могут быть использованы и другие устойчивые в водной среде сцинтилляторы, для которых отлажена технология их получения в виде стекло- или кристалловолокон, например, могут быть использованы недавно полученные (2011 год) кристалловолокна на базе литий-гадолиниевых и литий-иттриевых боратов. Они пригодны для регистрации альфа-, гамма- и нейтронного излуче-

ния с достаточно высоким абсолютным световыходом – до 19 фотон/кэВ. (Koroleva T. S., Kidibaev M. M., Pedrini C., Lebbou K., Belsky A. N., Tcherepanov A. N., Ischenko A. V., Ivanov V. Yu., Sedunova I. N., Teslenko O. S., Victorov L. V., Shulgin B. V. Characterization of Ce-doped borates fibers grown by  $\mu$ -PD method. Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Вузовско-академический сборник научных трудов. Екатеринбург : УрФУ 2011. Вып. 28. С. 109–121).

Предлагаемая модель сцинтилляционного детектора работает в двух режимах: без прокачки воды и с прокачкой воды (в виде процедур вытеснения анализируемой воды из сцинтилляционного датчика с помощью сжатого воздуха и заполнения той же водной части сцинтилляционного датчика водой при отключении действия сжатого воздуха). В обоих случаях предварительные фоновые измерения радиации проводят при погружении сцинтилляционного детектора в бак с чистой водой, с которой имеют непосредственный контакт сенсорные элементы сцинтилляционного датчика-пучка сцинтиллирующих волокон, скрученного в виде пружины. Результаты фоновых измерений обрабатываются в блоке обработки первичной информации и запоминаются.

Пучок сцинтиллирующих волокон в предлагаемой модели сцинтилляционного детектора, закрученный в виде пружины, может быть расположен как в нижней вододоступной части детектора, фиг. 1, так и в верхней (расширенной для этого случая) вододоступной части детектора, фиг. 3 (обозначения те же, что и для схемы на фиг. 1). Для детектора, представленного на фиг. 3, верхняя крышка и герметичный патрубок 9 для крепежа (под номером 9 патрубок обозначен как на фиг. 1, так и на фиг. 3) имеют другую форму, а пучок сцинтиллирующих волокон расположен вокруг герметичного блока, в который заключен фотодетектор. Особенностью конструкции детектора, фиг. 3, является то, что оба конца пучка сцинтиллирующих волокон одновременно подключены через световод к фотоприемному устройству, что повышает светосбор, но усложняет конструкцию. Работа и управление предлагаемого сцинтилляционного детектора для вариантов, приведенных на фиг. 1 и 3, идентичны. Режимы работы детектора рассмотрены ниже.





Фиг. 3. Схема сцинтилляционного детектора

**Режим 1.** Работа сцинтилляционного детектора в режиме без дополнительной прокачки анализируемой водной среды через сцинтилляционный датчик.

После фоновых измерений с использованием бака с чистой водой для проведения измерений в анализируемой водной среде сцинтилляционный детектор доставляют на водном носителе, например, на лодке, плоту, на обычном или радиоуправляемом катере к точке (зоне) контроля и размещают в зоне радиационного контроля водной среды с помощью кабеля-троса на определенной глубине (от одного до нескольких метров или до нескольких десятков метров). Анализируемая водная среда поступает в зазоры между волокнами сцинтилляционного датчика благодаря водозаборным боковым отверстиям 11 в нижней крышке 10 наружного корпуса устройства. Крышка 11 с отверстием 12 и горловиной 13 играет также роль

лабиринта для предотвращения прямого попадания света на элементы сцинтиблока.

Сцинтилляционный датчик 1 – пучок сцинтиллирующих волокон скрученных в виде пружины (из четырех-пяти витков, фиг. 1, или 8–9 витков, фиг. 3) из материалов, чувствительных к соответствующему виду контролируемых излучений, регистрирует контролируемые виды излучения. Под действием излучения радиоизотопов, находящихся в анализируемой водной среде, непосредственно контактирующей с сенсорными элементами (волоконками) сцинтилляционного датчика, в сенсорных элементах возникают сцинтилляции, которые через общий световод 2 поступают на фотоприемное устройство 3. Для случая  ${}^6\text{Li}$ -силикатного стекла сцинтилляции имеют длительность 60–80 нс и обладают максимумом спектра свечения 390–400 нм. Для улучшения светосбора торцы сцинтиллирующих волокон для варианта, приведенного на фиг. 1, не связанные со световодом, покрывают зеркальным отражателем. Для варианта, приведенного на фиг. 3, зеркальные отражатели не требуются. Фотоприемное устройство состоит из фотоэлектронного умножителя, или из PIN-фотодиодной или ПЗС-матрицы, причем спектральная чувствительность фотоприемного устройства согласована с максимумом спектра свечения сенсорного сцинтилляционного элемента. Сигналы с фотоприемного устройства с помощью кабеля 8 передаются на блок первичной обработки информации, где уровень регистрируемой радиации сравнивается с фоновым уровнем, полученным для чистой воды. Далее по беспроводной линии связи для обеспечения контроля в режиме реального времени информация передается на удаленный блок сбора и конечной обработки информации или на интегрированную геоинформационную систему контроля радиационной обстановки. При использовании в качестве носителей штатных сторожевых катеров и яхт блоки контроля могут располагаться непосредственно на этих носителях.

Равновесие радона  ${}^{222}\text{Rn}$  с продуктами его распада наступает через 3–4 часа после начала измерений, это обстоятельство необходимо учитывать при определении продолжительности измерений. Время измерения должно быть достаточным для обеспечения повышенной эффективности регистрации радона (В. В. Гузенко, В. Т. Дубинчук. Изотопы радия и радон в природных водах. М.: Наука, 1987. 159 с).

Режим 2. Работа сцинтилляционного детектора в режиме с дополнительной прокачкой анализируемой водной среды через сцинтилляционный датчик.

Такой режим необходим при анализе радона в водных средах или при радиационном мониторинге водных сред с невысоким содержанием радиоактивных изотопов. Реализация режима 2 в плане использования сенсорных элементов и обработки информации аналогична реализации режима 1, однако имеет свои особенности. Прокачку анализируемой водной среды через сцинтилляционный детектор проводят путем вытеснения анализируемой воды из сцинтилляционного датчика с помощью сжатого воздуха и заполнения той же вододоступной части сцинтилляционного датчика водой (при отключении действия сжатого воздуха) с помощью регулируемого клапана 6.

Процедуру вытеснения воды из пространства, связанного с волоконными сцинтилляторами, и заполнения этого же пространства анализируемой водой проводят при необходимости несколько раз при анализе содержания радона  $^{222}\text{Rn}$  и дочерних продуктов его распада  $^{218}\text{Po}$ ,  $^{214}\text{Po}$ ,  $^{210}\text{Po}$  и  $^{214}\text{Bi}$  в анализируемой водной среде.

Равновесие радона  $^{222}\text{Rn}$  с продуктами его распада наступает через 3–4 часа после начала измерений, это обстоятельство, как и при работе в режиме 1, необходимо учитывать для обеспечения повышенной эффективности регистрации радона и продуктов его распада.

Предлагаемая полезная модель сцинтилляционного детектора для подводных измерений обеспечивает технический результат: повышение сцинтилляционной эффективности регистрации на 30–35 % при дистанционном мониторинге подводной радиационной обстановки.

Предлагаемая полезная модель сцинтилляционного детектора может также работать и в воздушной среде, то есть в режиме, характерном для большинства сцинтилляционных детекторов. Для обеспечения такого режима вместо рабочей нижней крышки с отверстиями для забора воды используют запасную крышку без отверстий для забора воды.

### **Формула полезной модели**

*Сцинтилляционный детектор для подводной регистрации ионизирующих излучений, включающий корпус, сцинтиблок, со-*

стоящий из сцинтилляционного датчика, размещенного в вододоступной части детектора и снабженного системой прокачки воды, световода и фотоприемного устройства, заключенных в отдельный герметичный блок, а также блок первичной обработки информации и блок передачи данных по беспроводной линии связи, *отличающийся тем, что* сцинтилляционный датчик выполнен в виде скрученного в форме пружины пучка сцинтиллирующих волокон.

## Патент 131502 РФ ДЕТЕКТОР ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

Код(ы) МПК

G01T 1/00

Библиографическая  
ссылка

Пат. 131502 РФ. Детектор ионизирующих излучений /  
*Б. В. Шульгин, А. С. Бекташов, Е. В. Моисейкин,*  
*А. В. Ищенко, И. И. Мильман, М. И. Власов,*  
*В. Ю. Иванов, М. М. Кидибаев, Г. С. Денисов.* Заявл.  
22.03.2013, опубл. 20.08.2013. Бюл. № 23.

### Реферат

Область применения. Полезная модель детектора ионизирующих излучений относится к области многофункциональных дозиметрических устройств, а именно к области устройств, связанных с оптически стимулированными люминесцентными детекторами и сцинтилляционными детекторами рентгеновского и гамма-излучения, работающими в сочетанном режиме. Сущность изобретения: детектор ионизирующих излучений, содержащий светонепроницаемый корпус, сенсорный ОСЛ-элемент, источник оптической стимуляции – светодиод, защитный светофильтр, фотоприемник и электронный модуль с блоком ОСЛ-обработки информационных сигналов, снабжен дополнительным держателем, в котором закреплен сенсорный элемент, выполненный из оптических материалов типа NaF, NaF:Cu и NaF:Sc или  $Y_2SiO_5:Tb, Ce$ , способных как к ОСЛ-высвечиванию запасенной в них светосуммы, так и к сцинтилляционному отклику на радиационное воздействие, а электронный модуль обработки информационных сигналов имеет наряду с блоком обработки ОСЛ сигналов дополнительный блок обработки регистрируемых сцинтилляционных сигналов. Технический результат: предложенная полезная модель детектора ионизирующих излучений имеет универсальный сенсорный элемент, выполненный из полифункциональных оптических материалов типа NaF, NaF:Cu и NaF:Sc или  $Y_2SiO_5:Tb, Ce$ , причем сенсорный элемент способен как к ОСЛ-высвечиванию запасенной в нем светосуммы, так и к сцинтилляционному отклику на радиационное воздействие, так что детектор может работать

как в режиме анализа хранимой светосуммы (как запоминающий детектор), так и в сцинтилляционном режиме реального времени.

### **Описание полезной модели**

Полезная модель детектора ионизирующих излучений относится к области многофункциональных дозиметрических устройств, а именно к области устройств, связанных с оптически стимулированными люминесцентными детекторами и сцинтилляционными детекторами рентгеновского и гамма-излучения, работающими в сочетанном режиме.

Известен детектор ионизирующих излучений трекового типа (Свидетельство Роспатента 1756 от 16.02.1996 на полезную модель, *Л. В. Гаврилов, Л. В. Жукова, Б. В. Шульгин, Г. А. Китаев, В. В. Жуков, Л. В. Викторов*. Заявлено 31.05.1994. Оpubл. 16.02.1996. Бюл. 2). Известный детектор состоит из волокон на основе галогенидов серебра и электронно-оптического преобразователя с микроканальной пластинкой. Сенсорный блок известного детектора относится к сцинтилляционному типу сенсора, регистрирующего треки заряженных частиц и работающего в режиме реального времени (online режиме). Однако известный детектор не является детектором с сенсорным элементом многофункционального типа; использование известного сенсорного элемента на основе галогенидов серебра в одном устройстве в качестве сцинтиллятора и в качестве рабочего вещества детектора запоминающего типа в современных детекторных устройствах неизвестно.

Известен световолоконный сцинтилляционный детектор рентгеновского излучения (Патент 2248011 РФ, МПК G02B 6/02, G01T 1/20, 3/06, *Б. В. Шульгин, Л. В. Жукова, В. И. Петров, Д. В. Райков, А. Н. Черепанов*, Заявл. 27.07.2003; опубл. 10.03.2005). Известный световолоконный детектор состоит из единого волоконно-оптического модуля, который содержит блок регистрации рентгеновского излучения в виде набора сцинтиллирующих волокон, передающий блок волоконно-оптической связи, а также фотоприемное устройство с блоком электронной обработки сигналов. Известный световолоконный детектор рентгеновского излучения имеет сцинтилляционный сенсорный элемент, работающий в режиме реального времени. Однако он не является детектором многофункционального типа. Использование в одном устройстве известного сенсорного элемента в виде набора

сцинтиллирующих волокон в качестве сцинтиллятора и одновременно в качестве рабочего вещества запоминающего детектора (термостимулированного или оптически стимулированного типа) в современных детекторных устройствах неизвестно.

Известен термолюминесцентный детектор (Патент 2270462 РФ, авторы Б. В. Шульгин, А. Н. Черепанов, Т. С. Королева, В. Ю. Иванов, А. И. Слесарев, А. В. Анипко, Б. К. Джолдошов, Ch. Pedrini, B. Hautefeuille, J. -M. Formigue. МПК G01T 1/06, 1/11, 1/29; C09K 11/08. Заявл. 28.07.2004; опубл. 20.02.2006. Бюл. № 5) для регистрации рентгеновского, гамма- и электронного излучения с сенсорными кристалловолоконными датчиками запоминающего типа на основе термолюминесцентных фторидных и оксидных материалов ( $\text{NaF:U}$ ;  $\text{NaF:U}$ ,  $\text{Cu}$ ;  $\text{LiF:U}$ ;  $\text{LiF:U}$ ,  $\text{Cu}$  и  $\text{LiF:Ti}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{Bi}_3\text{Ge}_4\text{O}_{12}$ ). В известном дозиметрическом комплексе термолюминесцентный запоминающий детектор выполнен в виде кристаллического волокна со светоотражающим покрытием по всей длине волокна, один конец которого снабжен зеркальным отражателем, а другой имеет стыковочный узел, через который высвечиваемая волоконным термолюминесцентным детектором светосумма поступает в волоконно-оптический кабель связи, соединенный с фотоприемником и блоком управления и обработки сигналов.

Однако вышеназванный известный термолюминесцентный детектор рентгеновского, гамма- и электронного излучения не является детектором многофункционального типа; использование в одном устройстве одного и того же сенсорного элемента на основе активированных составов  $\text{NaF}$ ,  $\text{LiF}$ , а также  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{Bi}_3\text{Ge}_4\text{O}_{12}$  в качестве термолюминесцентного и сцинтилляционного датчика в современных детекторных устройствах неизвестно.

В последние годы среди детекторов ионизирующих излучений запоминающего типа все более широкое распространение в персональной дозиметрии получают детекторы с оптически стимулируемым люминесцентным (ОСЛ) сенсором на основе  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  (*Batter-Jensen L., McKeever, S.W.S., Wintle A.G. Optically Stimulated Luminescence Dosimetry. Elsevier Science. 2003. 355P; McKeever et al. USA Patent 5892234 Apr. 6. 1999; N.J.M. Le Masson. Development of Optically stimulated Luminescence materials for personal fast neutron dosimetry. Delft University Press. 2003, 168 p.*). Разработка таких детекторов активно проводится за рубежом и в России.

Среди известных детекторов ОСЛ-типа наиболее близким по элементам конструкции к заявляемому является известное «устройство для измерения дозиметрического сигнала оптически стимулированной люминесценции», с ОСЛ-сенсором на основе анион-дефектного корунда  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  (Патент 2310889 РФ, *И. И. Мильман, С. В. Никифоров, Е. В. Моисейкин, И. Г. Ревков*. МПК G01T 1/11, 1/06, 1/29. Заявл. 07.08.2006; опубл. 20.11.2007. Бюл. № 32). Известный детектор имеет светонепроницаемый корпус, в котором размещены детектор (сенсор) ионизирующих излучений (в виде таблетки из  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ ), расположенный между источником стимулирующей радиации (светодиодом с призмой Френеля) и разделительным светофильтром, оптический фотоприемник и электронный модуль-канал обработки сигналов (информации). Стимуляцию светосуммы, накопленной в облученном  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  ОСЛ-сенсоре осуществляют с помощью светодиода СДК-С469-5-10, снабженного призмой Френеля, оптическая ось которого перпендикулярна плоскости детектора. Регистрацию высвечиваемой ОСЛ-датчиком светосуммы (длина волны излучаемого света кристаллом корунда равна 420 нм) проводят с помощью фотоприемного блока на основе фотоэлектронного умножителя, снабженного светофильтром УФС-2 (с длиной волны 470 нм, полушириной около 10 нм) для защиты фотоприемника от прямого светового воздействия светодиода. Однако применение в одном устройстве сенсора из одного и того же материала как в качестве ОСЛ-сенсора, так и в качестве сцинтилляционного сенсора, в современных детекторных устройствах неизвестно.

Задачей изобретения является разработка полезной модели детектора ионизирующих излучений нового типа, в котором сочетанный с одними и теми же фотоприемником и блоками обработки информации чувствительный сенсорный элемент обеспечивал бы выполнение функций ОСЛ-детектора, хранящего дозиметрическую информацию (до момента оптического стимулирующего воздействия) и функции сцинтилляционного детектора ионизирующих излучений, работающего в режиме реального времени.

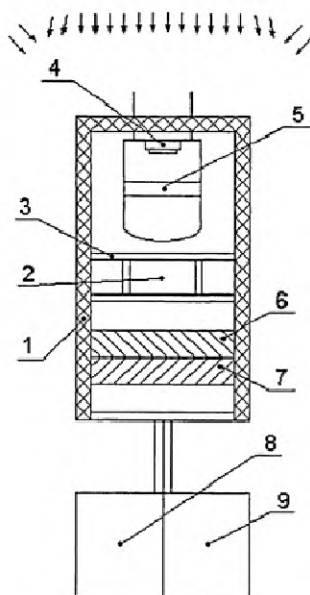
Решение поставленной задачи достигается тем, что элементом конструкции предлагаемого детектора является разработанный авторами универсальный сенсор из полифункциональных материалов, – сенсор нового типа («два в одном»), размещенный в дополнительном держателе и спо-



способный выполнять функции ОСЛ-сенсора и функции сенсора-сцинтиллятора, причем сенсор из полифункциональных материалов сочетается с одними и теми же фотоприемником и электронными блоками обработки информационных сигналов.

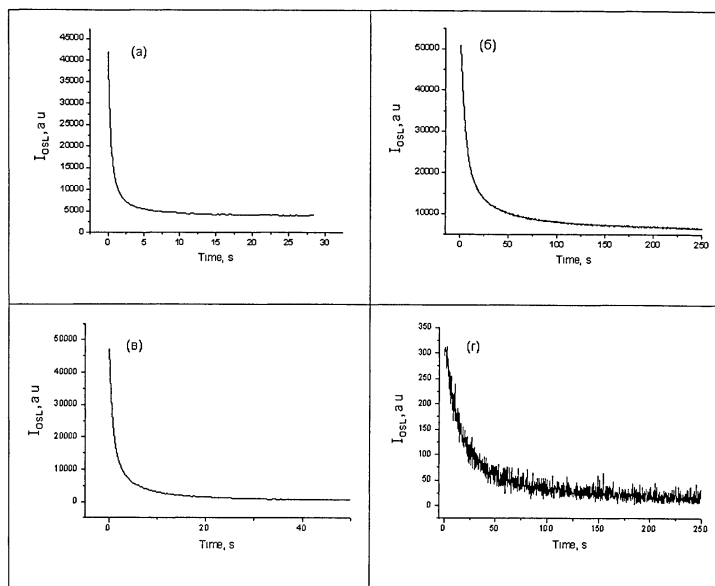
Сущность предлагаемой полезной модели заключается в следующем. Детектор ионизирующих излучений, содержащий светонепроницаемый корпус, сенсорный ОСЛ-элемент, источник оптической стимуляции – светодиод, защитный светофильтр, фотоприемник и электронный модуль с блоком ОСЛ-обработки информационных сигналов, снабжен дополнительным держателем, в котором закреплен сенсорный элемент, выполненный из оптических материалов типа NaF, NaF:Cu и NaF:Sc или  $Y_2SiO_5:Tb,Ce$ , способных как к ОСЛ-высвечиванию запасенной в них светосуммы, так и к сцинтилляционному отклику на радиационное воздействие, а электронный модуль обработки информационных сигналов имеет наряду с блоком обработки ОСЛ-сигналов дополнительный блок обработки регистрируемых сцинтилляционных сигналов.

Конструкция предлагаемой полезной модели детектора ионизирующих излучений приведена на фиг. 1. Показано расположение в светонепроницаемом корпусе 1 универсального оптического сенсора 2, (закрепленного в держателе 3), способного выполнять функции ОСЛ-сенсора и функции сенсора – сцинтиллятора, а также расположение таких необходимых элементов детектора, как светодиодный фотостимулятор 4 с призмой Френеля 5, разделительный светофильтр 6, фотоприемник 7 и электронный модуль с блоками обработки информационных сигналов (блоки 8 и 9). Блок регистрации 8 используют, когда универсальный сенсорный элемент используют в качестве ОСЛ-датчика, а дополнительный блок 9 используют, когда сенсорный элемент детектора работает как сцинтилляционный датчик. Изображенная на фиг. 1 схема детектора соответствует случаю, когда в качестве фотоприемника используют фотодиод. Для случая когда в качестве фотоприемника используют фотоэлектронный умножитель (ФЭУ), картина взаимного расположения всех остальных элементов детектора, необходимых для обеспечения его функционирования, аналогична картине, представленной на фиг. 1, только вместо компактного фотодиода используют фотоэлектронный умножитель.



Фиг. 1. Схема детектора

Устройство работает следующим образом. Если универсальный сенсор 2 используется в качестве ОСЛ-датчика (обычно он имеет вид плоской таблетки), то сенсор, предварительно облученный рентгеновским или гамма излучением, с накопленной информацией о дозе размещают внутри корпуса 1 в держателе 3, регулирующем его положение. В качестве сенсорного материала в предлагаемом устройстве могут применяться кристаллы NaF, NaF:Sc, NaCl:Eu и  $Y_2SiO_5:Tb, Ce$  размерами  $7 \times 7$  мм (и более), толщиной 1–2 мм (и более), а также кристаллы на основе других материалов, способных как к ОСЛ-высвечиванию запасенной в них светосуммы, так и к сцинтилляционному отклику на радиационное воздействие. Для кристаллов NaF, NaF:Sc, NaCl:Eu, и  $Y_2SiO_5:Tb, Ce$  (используемых при проверке работоспособности устройства), облученных рентгеновским излучением (40 кВ, 40 мкА, 1 мин, ФЭУ-142,  $U = 1960$  В), кривые ОСЛ приведены на фиг. 2.



Фиг. 2. Кривые ОСЛ

Они аппроксимируются двумя экспонентами и хорошо описываются уравнением

$$I = I_0 + A_1 \exp(t/t_1) + A_2 \exp(t/t_2),$$

где  $A_1$  и  $A_2$  – предэкспоненциальные множители;  $t_1$  и  $t_2$  – постоянные времени затухания. Характеристики ОСЛ приведены в табл. 1.

Таблица 1

Характеристики ОСЛ кристаллов  
NaF, NaF:Sc, NaCl:Eu и Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>:Tb,Ce

Кристалл	$I_0$ , о.е.	$A_1$ , о.е.	$t_1$ , с	$A_2$ , о.е.	$t_2$ , с
NaF	4099	31190	0,4366	6628	3,241
NaF:Sc	6667	37540	6,028	10420	47,69
NaCl:Eu	489,3	9674	8,300	37990	0,8886
Y <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub> :Tb,Ce	14,55	80,03	71,87	226,5	13,59

Как видно из фиг. 2 и табл. 1, происходит достаточно эффективное высвечивание ОСЛ-светосуммы за время в несколько секунд. Наибольшей интенсивностью ОСЛ обладают кристаллы NaF и NaF:Sc, минимальным световыходом ОСЛ обладают оксидные кристаллы  $Y_2SiO_5:Tb,Ce$ , хотя последние отличаются повышенным выходом термолюминесценции (*L. V. Victorov et al.: Termoluminescent Dosimetric Properties of Oxide Scintillators. Proceedings of International Symposium: Luminescent Detectors and Transformers of Ionizing Radiation. LUMDETR-91 Riga, University of Latvia, 1991. 216 с.*). При использовании тех же кристаллов NaF, NaF:Sc, NaCl:Eu или  $Y_2SiO_5:Tb,Ce$  размерами  $7 \times 7$  мм и более, толщиной от 1–2 мм (и более) в качестве сцинтилляционного датчика наиболее высокие результаты получены для сцинтиллятора  $Y_2SiO_5:Tb, Ce$  (световыход гамма-сцинтилляций на уровне световыхода NaI:Tl, длительность гамма-сцинтилляций 10–12 нс, длина волны 420 нм (сигналы регистрировались в импульсном режиме). Для кристаллов NaF, NaF:Sc и NaCl:Eu сцинтилляционные характеристики измерялись в токовом режиме: световыход порядка 5 % относительно NaI:Tl, длительность отдельных сцинтилляций 10–14 нс, область излучения до 430 нм (сцинтилляционные характеристики хорошо согласуются с данными: *B. V. Shulgin. Fast Inorganic Scintillators. Proceedings of International Symposium: Luminescent Detectors and Transformers of Ionizing Radiation. LUMDETR-91 Riga, University of Latvia, 1991. 216 с.*).

Экспериментальная проверка параметров предлагаемой полезной модели детектора ионизирующих излучений подтвердила ее работоспособность и техническую полезность: возможность использования универсального сенсора и получения дозиметрической информации как в запоминающем, так и в активном режиме.

Технический результат: предложенная полезная модель детектора ионизирующих излучений имеет универсальный сенсорный элемент, выполненный из полифункциональных оптических материалов типа NaF, NaF:Cu и NaF:Sc или  $Y_2SiO_5:Tb,Ce$ ; причем сенсорный элемент способен как к ОСЛ-высвечиванию запасенной в нем светосуммы, так и к сцинтилляционному отклику на радиационное воздействие, так что детектор может работать и в режиме анализа хранимой светосуммы (как запоминающий детектор), и в сцинтилляционном режиме реального времени.

**Формула полезной модели**

*Детектор ионизирующих излучений, содержащий светонепроницаемый корпус, сенсорный ОСЛ-элемент, источник оптической стимуляции – светодиод, защитный светофильтр, фотоприемник и электронный модуль с блоком ОСЛ-обработки информационных сигналов, отличающийся тем, что детектор снабжен держателем, в котором закреплен сенсорный элемент, выполненный из оптических материалов типа NaF, NaF:Cu и NaF:Sc или  $Y_2SiO_5:Tb, Ce$ , способных как к ОСЛ-высвечиванию запасенной в них светосуммы, так и к сцинтилляционному отклику на радиационное воздействие, а электронный модуль обработки информационных сигналов имеет дополнительный блок обработки регистрируемых сцинтилляционных сигналов.*

## АВТОРЫ СОВМЕСТНЫХ ПАТЕНТНЫХ РАЗРАБОТОК

<i>Алыбаков А. А.</i>	1264719*	1304584*	1382206*
	1549392*	1570509*	1814393*
<i>Ананьев И. О.</i>	2427857		
<i>Анипко А. В.</i>	2270462	2282212	2303798
	2308056	2312061	2315231
<i>Арботоев О. М.</i>	1549392*		
<i>Арбузов В. И.</i>	2323453	112449**	119129**
<i>Афонин Ю. Д.</i>	2282212	2312061	
<i>Бекетов Д. А.</i>	2282212		
<i>Бекетов А. Р.</i>	2312061		
<i>Бекташов А. С.</i>	131502**		
<i>Благовещенский М. Н.</i>	112449**	119129**	
<i>Буйлин П. И.</i>	2282214		
<i>Вараксина Е. В.</i>	2297648		
<i>Викторов Л. В.</i>	1382206*		
<i>Власов М. И.</i>	131502**		
<i>Гадельшин В. М.</i>	112449**	119129**	
<i>Голиков Е. Г.</i>	2269802	2282214	2347741
<i>Денисов Г. С.</i>	2297648	2468060	131502**
<i>Джолдошов Б. К.</i>	2270462	2282214	
<i>Дукельский К. В.</i>	2323453	112449**	119129**
<i>Ерухимович С. М.</i>	1304584*	1570509*	
<i>Жеенбаев Н. Ж.</i>	112449**	119129**	
<i>Жуков В. В.</i>	2190240		
<i>Жукова Л. В.</i>	2190240		
<i>Иванов В. Ю.</i>	2242025	2243573	2244320
	2248588	2262722	2269802
	2270462	2270463	2282214
	2297015	2297648	2303798
	2308056	2315231	2323453
	2347741	131502**	

<i>Ищенко А. В.</i>	2297648	2315231	2357273
	112449**	119129**	131502**
<i>Казакбаева З. М.</i>	1814393*		
<i>Кенжебаев Б. К.</i>	1570509*		
<i>Кидибаев М. М.</i>	1304584*	1382206*	1570509*
	1814393*	2148837	2242025
	2243573	2248588	2264634
	2331086	2347741	2357273
	2370788	2427857	2445646
	2468060	112449**	119129**
	131502**		
<i>Королева Т. С.</i>	2190240	2242025	2243573
	2244320	2248588	2251124
	2261459	2262722	2264634
	2269802	2270462	2270463
	2282214	2297015	2297648
	2331086	2357273	2445646
<i>Кортов В. С.</i>	1264719*	1549392*	
<i>Коссе А. И.</i>	2248588	2297015	
<i>Кружалов А. В.</i>	1382206*	2269802	2323453
	2331086	2347741	2357273
	2445646		
<i>Лисиенко Д. Г.</i>	2468060		
<i>Малков В. Б.</i>	2312061	2347741	
<i>Мамытбеков У. К.</i>	2370788	2468060	
<i>Маркс С. В.</i>	2270463	2308056	
<i>Мезенина Н. С.</i>	2308056		
<i>Мильман И. И.</i>	2331086	2357273	2445646
	2468060	131502**	
<i>Моисейкин Е. В.</i>	131502**		
<i>Нешов Ф. Г.</i>	2243573	2269802	2282214
	2347741	2427857	
<i>Николаева Н. В.</i>	2347741		
<i>Огородников И. Н.</i>	1814393*		

<i>Петров В. Л.</i>	2190240	2242025	2244320
	2251124	2269802	2270463
	2297015	2303798	2323453
	2347741		
<i>Пушин В. Г.</i>	2347741		
<i>Райков Д. В.</i>	2148837	2190240	2244320
	2248588	2297015	2297648
	2315231		
<i>Сатыбалдиева М. К.</i>	2148837		
<i>Сергеев А. В.</i>	2282212		
<i>Слесарев А. И.</i>	2270462	2282212	
<i>Смирнов С. Б.</i>	2308056		
<i>Соломонов В. И.</i>	2248588		
<i>Старцев В. С.</i>	1304584*	1570509*	
<i>Сюрдо А. И.</i>	1264719*	1549392*	
<i>Упорова Ю. Ю.</i>	2331086	2347741	2357273
	2427857	2445646	
<i>Ушаков Ю. А.</i>	2243573		
<i>Хохлов К. О.</i>	2323453		
<i>Черепанов А. Н.</i>	2242025	2243573	2244320
	2248588	2251124	2261459
	2262722	2264634	2269802
	2270462	2270463	2282212
	2282214	2297015	2297648
	2303798	2308056	2312061
	2315231	2323453	2331086
	2437741	2357273	2370788
	2427857	2445646	112449**
	119129**		
	2297015		
<i>Чудиновских А. А.</i>	112449**		
<i>Чурманов В. Н.</i>	1264719*	2148837	2370788
<i>Шаршеев К. Ш.</i>	2468060		



<i>Шульгин Б. В.</i>	1264719*	1304584*	1382206*
	1549392*	1570509*	1814393*
	2148837	2190240	2242025
	2243573	2244320	2248588
	2251124	2261459	2262722
	2264634	2269802	2270462
	2270463	2282212	2282214
	2297015	2297648	2303798
	2308056	2312061	2315231
	2323453	2331086	2347741
	2357273	2370788	2427857
	2445646	2468060	112449**
	119129**	131502**	
<i>Шульгин Д. Б.</i>	2190240		
<i>Шутов О. Н.</i>	112449**	119129**	
<i>Dujardin С.</i>	2261459	2303798	
<i>Fourmigue J.-М.</i>	2262722	2270462	2303798
	2323453		
<i>Hautefeuille В.</i>	2262722	2270462	
<i>Lebbou К.</i>	2262722	2282214	2303798
<i>Pedrini С.</i>	2261459	2262722	2270462
	2282214	2303798	2323453
<i>Tillement О.</i>	2262722		

В настоящее время в Роспатенте проходит экспертизу по существу заявка № 2013117586 РФ от 16.05.2013 «Рабочее вещество ОСЛ-детектора». Авторы *Б. В. Шульгин, А. С. Бекташов, М. И. Власов, В. Ю. Иванов, М. М. Кидибаев, Г. С. Денисов, А. В. Ищенко, Е. В. Моисейкин, И. И. Мильман.*

---

*Примечания:*

\* – авторские свидетельства СССР;

\*\* – патенты РФ на полезную модель.

*Справочное издание*

**РАДИАЦИОННЫЕ ДЕТЕКТОРЫ  
НА ОСНОВЕ КРИСТАЛЛОВ  
И КРИСТАЛЛОВОЛОКОН**

Совместные изобретения  
ученых России и Кыргызстана

Справочник

Кидибаев Мустафа Мусаевич  
Шульгин Борис Владимирович  
Черепанов Александр Николаевич  
Иванов Владимир Юрьевич  
Мамытбеков Уланбек Кыдырович  
Ищенко Алексей Владимирович  
Королева Татьяна Станиславна  
Петров Владимир Леонидович

Компьютерная верстка *А. Н. Черепанова*  
Корректор *А. Мельникова*

Описания патентов приведены в редакции, соответствующей  
их описаниям в бюллетенях изобретений ([www.fips.ru](http://www.fips.ru))

Подписано в печать 24.04.2014. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>16</sub>  
Бумага офсетная. Гарнитура Times. Усл. печ. л. 18.  
Тираж 100. Заказ № 1154.

Издательство Уральского университета  
620000, Екатеринбург, ул. Тургенева, 4

Отпечатано в Издательско-полиграфическом центре УрФУ  
620000, Екатеринбург, ул. Тургенева, 4  
Тел.: +7 (343) 350-56-64, 350-90-13  
Факс: +7 (343) 358-93-06  
E-mail: [press-urfu@mail.ru](mailto:press-urfu@mail.ru)